

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

MODÉLISATION DES INSTABILITÉS D'EXTRUSION

MOURAD RAJBAOUI

DÉPARTEMENT DE GÉNIE CHIMIQUE  
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION  
DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES (M.Sc.A)  
( GÉNIE CHIMIQUE)  
SEPTEMBRE 1996

© Mourad Rajbaoui, 1996.



National Library  
of Canada

Acquisitions and  
Bibliographic Services

395 Wellington Street  
Ottawa ON K1A 0N4  
Canada

Bibliothèque nationale  
du Canada

Acquisitions et  
services bibliographiques

395, rue Wellington  
Ottawa ON K1A 0N4  
Canada

*Your file* *Votre référence*

*Our file* *Notre référence*

The author has granted a non-exclusive licence allowing the National Library of Canada to reproduce, loan, distribute or sell copies of this thesis in microform, paper or electronic formats.

L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque nationale du Canada de reproduire, prêter, distribuer ou vendre des copies de cette thèse sous la forme de microfiche/film, de reproduction sur papier ou sur format électronique.

The author retains ownership of the copyright in this thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur qui protège cette thèse. Ni la thèse ni des extraits substantiels de celle-ci ne doivent être imprimés ou autrement reproduits sans son autorisation.

0-612-26507-2

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé:

MODÉLISATION DES INSTABILITÉS D'EXTRUSION

présenté par: Mourad RAJBAOUI

en vue de l'obtention du diplôme de: MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES  
(M.Sc.A.)

a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de :

M. PERRIER, Michel, Ph.D., .....Président

M. CARREAU, Pierre, Ph.D., .....Directeur

M. FORTIN, André, Ph.D.,.....Codirecteur

M. GRMELA, Miroslav, D.Sc.,.....Membre

À mon ex-épouse.

## REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à remercier mes directeurs de recherche: le Professeur Pierre Carreau pour sa compétence et pour les conseils scientifiques pertinents et le Professeur André Fortin qui m'a initié au calcul numérique et qui m'a fait bénéficier de son expertise.

Je désire adresser mes remerciements à l'ACDI ( Programme de la Francophonie ) qui m'a accordé le soutien financier.

Je voudrais exprimer ma reconnaissance à Luc Parent au regard de l'aide très appréciée qu'il m'a apportée tout au long de ce travail.

Enfin, je n'oublierai pas de saluer mes amis du département de mathématiques appliquées qu'ont été Pierre Tran, Steven Dufour, ABoubaker Bagayago, Alain Béliveau et Donatien N'dri.

## RÉSUMÉ

Nous nous intéressons à l'étude de l'instabilité de l'écoulement oscillatoire. Notre étude comprend: une caractérisation de l'instabilité de l'écoulement oscillatoire, une comparaison des résultats du saut en débit expérimental et théorique (modèle de compressibilité), une analyse de l'effet de glissement sur les résultats d'écoulement et une revue de quelques travaux de simulation numérique basés sur un modèle de glissement.

Deux polyéthylènes à haute densité sont extrudés dans une extrudeuse monovis pour étudier cette instabilité. L'instabilité de l'écoulement oscillatoire est caractérisée par une courbe d'écoulement non monotone, un saut de débit et par une contrainte critique de déclenchement des oscillations. Dans notre étude, la contrainte critique dépend du polymère, de la température et de la géométrie de la filière. L'amplitude et la période des oscillations sont inversement proportionnelles au diamètre et à l'inverse de la longueur de la filière. La deuxième branche de la courbe d'écoulement non monotone est sensible à la géométrie de la filière. Nous avons interprété cette sensibilité par l'effet de glissement. Par conséquent, nous avons fait une étude complémentaire sur le glissement. En effet, deux polyéthylènes à haute densité et un autre à basse densité sont extrudés dans une filière à deux capillaires. La filière à deux capillaires de même rapport  $L/D$  est utilisée pour analyser l'effet du glissement sur les oscillations. Le glissement est important dans l'écoulement des deux polyéthylènes à haute densité, mais il n'est pas observé dans l'écoulement du polyéthylène à basse densité.

Nous avons comparé le saut en débit expérimental et celui calculé par le modèle de compressibilité. Nous avons développé une méthode analytique basée sur la loi de conservation de la masse pour prévoir l'effet de la compressibilité sur les oscillations. Dans l'application numérique de la méthode, nous avons utilisé les résultats expérimentaux de Durand (1993) et de Hatzikiriakos et Dealy (1992). Ces auteurs ont utilisé des rhéomètres à débit imposé. Dans notre étude réalisée avec une extrudeuse monovis, nous avons considéré des hypothèses de calcul pour comparer les sauts en débit théorique et expérimental. Les résultats obtenus montrent l'importance de la compressibilité pour expliquer les sauts en débit.

Enfin, dans une ultime étape dans le travail, le glissement influence les instabilités d'extrusion d'une manière générale. La reproduction de quelques résultats de simulation numérique ( Gergios et Crochet. 1994) par la méthode des éléments finis reflète l'importance d'une loi de glissement non monotone pour modéliser l'instabilité de l'écoulement oscillatoire d'un fluide newtonien. Nous avons fait avant notre étude numérique, une validation de la modélisation faite par Hatzikiriakos et Dealy (1992). Nos calculs montrent que le modèle de glissement proposé par ces auteurs est inadéquat pour simuler les instabilités d'extrusion.

## ABSTRACT

We are interested in studying the oscillatory-flow known as 'stick-slip' instability. Our study contains the following items: the characterization of 'stick-slip' instability, the superposition of both experimental and theoretical (compressibility model) flow rate jumps, a slip analysis on flow behavior, and a review of some numerical simulation based on a slip model.

Our experiments are performed in a single-screw extruder. Two linear high density polyethylenes are studied. We have done an experimental study of the oscillatory flow in order to determine its characteristics. The 'stick-slip' instability is characterized by a non monotone flow curve, a flow rate jump and a critical shear stress. It is found that oscillations occur at a critical shear stress. The critical shear stress depends on the nature of the polymer, the temperature and the die geometry. Amplitude and period of oscillations are proportional to the length and to the inverse of the diameter of the die. The second branch of the non monotone flow curve depends on the die-geometry. In this case, the interpretation based on slip mechanism is introduced. In our experimental work, a two-hole die is used to analyze the slip phenomenon of a linear high density polyethylene and a linear low density polyethylene. The slip velocity of the linear low density polyethylene is estimated and a power law model is used to correlate the velocity as a function of the shear stress and the diameter of the capillary. It is found that the slip velocity determined by an optimum calculation is equal to zero for the LLDPE.

An analytical method has been developed to predict the flow rate jump. The analytical method is based on the continuity equation and a compressibility model. We have used the experimental results of Durand (1993), Hatzikiriakos and Dealy (1992) to test the numerical predictions. The experimental work of Durand, Hatzikiriakos and Dealy was conducted with a constant flow rate capillary. The evaluation of the experimental and the theoretical flow rate jump is done. Under certain hypothesis, we have also simulated the flow rate jump observed during our work. The calculation results suggest that the role of the compressibility in the prediction of the flow rate jump is important but is not unique.

Finally, the slip phenomenon is examined numerically. In the first step, we have validated the slip-model work done by Hatzikiriakos and Dealy (1992). The slip model proposed by



these authors is not correct. In the second step, we have reproduced some results of the simulation done by Gergios and Crochet (1994). The simulations results suggest that the oscillatory flow model for newtonian fluid requires a non-monotone slip law.

## TABLES DES MATIÈRES

<b>Dédicace</b> .....	<b>iv</b>
<b>Remerciements</b> .....	<b>v</b>
<b>Résumé</b> .....	<b>vi</b>
<b>Abstract</b> .....	<b>viii</b>
<b>Liste des figures</b> .....	<b>xiv</b>
<b>Liste des tableaux</b> .....	<b>xxiii</b>
<b>Liste des symboles</b> .....	<b>xxiv</b>
<b>Liste des annexes</b> .....	<b>xxxi</b>
<b>INTRODUCTION</b> .....	<b>1</b>
<b>CHAPITRE 1: REVUE BIBLIOGRAPHIQUE</b> .....	<b>4</b>
1.1 Travaux expérimentaux .....	4
1.1.1 Les outils d'extrusion. ....	4
1.1.2 Les observations expérimentales .....	5
1.2 Travaux de modélisation .....	16
1.2.1 Les idées—forces de la modélisation .....	16
1.2.2 Les modèles physiques développés dans la littérature .....	17
1.2.3 Conclusion .....	27

<b>CHAPITRE 2: DISPOSITIF EXPÉRIMENTAL ET RAPPELS DE QUELQUES PRINCIPES DE FONCTIONNEMENT D'UNE EXTRUDEUSE MONOVIS .....</b>	<b>29</b>
<b>2.1 Dispositif expérimental .....</b>	<b>29</b>
2.1.1 Machine d'extrusion et accessoires .....	29
2.1.2 Polymères étudiés .....	33
<b>2.2 Rappel de quelques principes de fonctionnement de l'extrudeuse .....</b>	<b>37</b>
2.2.1 Établissement de l'écoulement dans l'extrudeuse .....	37
2.2.2 Le débit total de l'écoulement .....	38
2.2.3 Stratégies opératoires .....	38
<b>2.3 Conclusion .....</b>	<b>42</b>
 <b>CHAPITRE 3: ÉTUDE EXPÉRIMENTALE DE L'INSTABILITÉ DE L'ÉCOULEMENT OSCILLATOIRE .....</b>	 <b>43</b>
<b>3.1 Introduction .....</b>	<b>43</b>
<b>3.2 L'écoulement oscillatoire dans une extrudeuse monovis .....</b>	<b>43</b>
3.2.1 Variations de la pression dans le temps .....	43
3.2.2 Aspects morphologiques .....	46
3.2.3 La courbe d'écoulement .....	49

<b>3.3 Mise en évidence du glissement</b> .....	<b>55</b>
3.3.1 Complément bibliographique .....	56
3.3.2 Analyse de l'écoulement .....	60
3.3.3 Estimation de la vitesse de glissement .....	69
3.3.4 Description des défauts observés avec la filière à deux capillaires ....	75
<b>3.4 La courbe caractéristique de la vis extrudeuse</b> .....	<b>76</b>
<b>3.5 Influence des paramètres d'étude sur les oscillations</b> .....	<b>79</b>
3.5.1 Influence de la vitesse de rotation de la vis ( RPM ) .....	79
3.5.2 Influence du volume de réservoir .....	80
3.5.3 Influence de la géométrie de la filière .....	85
<b>3.6 Conclusion</b> .....	<b>87</b>
 <b>CHAPITRE 4: RÔLE DE LA COMPRESSIBILITÉ DANS L'INSTABILITÉ DE L'ÉCOULEMENT OSCILLATOIRE</b> .....	 <b>89</b>
<b>4.1 Introduction</b> .....	<b>89</b>
<b>4.2 Hypothèse de la compressibilité et complément bibliographique.</b> .....	<b>90</b>
<b>4.3 Méthode analytique exacte d'évaluation de la compressibilité</b> .....	<b>92</b>
4.3.1 Développement de la méthode .....	92
4.3.2 Évaluation du saut en débit dans un rhéomètre .....	96

<b>4.4 Quantification de l'effet de la compressibilité sur les oscillations dans une extrudeuse</b> .....	<b>105</b>
4.4.1 Évaluation du saut en débit .....	105
4.4.2 Validation des hypothèses de calcul .....	109
<b>4.5 Conclusion</b> .....	<b>112</b>
 <b>CHAPITRE 5: REVUE DE QUELQUES TRAVAUX DE MODÉLISATION SUR LE GLISSEMENT</b> .....	 <b>114</b>
<b>5.1 Introduction</b> .....	<b>114</b>
<b>5.2 Analyse du travail de modélisation réalisé par Hatzikiriakos et Dealy (1992)</b> .....	<b>114</b>
5.2.1 Les prédictions du modèle pour l'écoulement stationnaire dans le capillaire .....	115
<b>5.3 La simulation numérique par la méthode des éléments finis</b> .....	<b>125</b>
5.3.1 Exposé du problème .....	126
5.3.2 Reproduction des résultats de la simulation faite par Georgios et Crochet (1994) .....	129
<b>5.4 Conclusion</b> .....	<b>133</b>
 <b>CONCLUSION GÉNÉRALE</b> .....	 <b>134</b>
 <b>RÉFÉRENCES</b> .....	 <b>137</b>

## LISTE DES FIGURES

- Figure 1.1 : Écoulement dans une filière cylindrique. (a) défaut peau de requin des polydiméthylsiloxane ( $M_w = 4.3 \cdot 10^5$ ) à un nombre de weissenberg égal à 0.3. (b) grosses fractures du même polymère à un nombre de Weissenberg égal à 0.35. (c) distorsions hélicoïdales du polydiméthylsiloxane linéaire ( $M_w = 1.3 \cdot 10^5$ ) à un nombre de Weissenberg égal à 1.15. La barre à droite en haut de chaque figure représente 1 mm. ( Piau et al.,1990). . . . . 6
- Figure 1.2 : La discontinuité de la courbe d'écoulement d'un polyéthylène à haute densité ( Bagley et al. 1958) . . . . . 9
- Figure 1.3 : La courbe d'écoulement avec deux branches d'écoulement stables. (Becker et al. 1991) . . . . . 10
- Figure 1.4 : Courbes d'écoulement à un  $L/D$  égal à 8 pour trois ( A, B, C) PEHD de différents poids moléculaires (A,  $M_w = 230$  kg/kmol; B,  $M_w = 200$  kg/kmol; C,  $M_w = 190$  kg/kmol ).( La pression est corrigée par la pression de la filière trou.). (Durand. 1993) . . . . . 13
- Figure 1.5 : Courbes d'écoulement à différentes valeurs de  $R_n$ . Confrontation avec les données expérimentales de polybutadiène publiées par Vinogradov, en prenant  $R_n = 0.3(M/M_e)^{1.5}$ . les lignes en points correspondent à

l'écoulement oscillatoire. ( Mc Leish et Ball 1986) .....	19
Figure 1.6 : Contrainte de cisaillement versus le taux de cisaillement ( Mc Leish et Ball, 1986) .....	19
Figure 1.7 : Propagation de l'interface ( lignes pointillées ) de la région fortement cisailée vers la région à faible taux de cisaillement. (Mc Leish et Ball 1986) .....	20
Figure 1.8 : Schéma de la fonction F. ( Durand 1993). ....	23
Figure 1.9 : Courbes typiques de la loi de glissement pour des valeurs arbitraires de $\alpha_2$ , $\alpha_1=1$ , $\alpha_3 =100$ , (Georgios et Crochet. 1994) .....	24
Figure 1.10 : Vitesse de glissement, contrainte de cisaillement à la paroi et pression versus la distance axiale du capillaire. PEHD A à un taux de cisaillement apparent égal à 549 1/s. ( Hatzikiriakos et Dealy.1992) ....	26
Figure 2.1 : Schéma d'une extrudeuse monovis .....	30
Figure 2.2 : Schéma de la vis extrudeuse .....	30
Figure 2.3 Attelage de la filière, du réservoir et de l'adaptateur .....	32
Figure 2.4 : Schéma de la filière à deux capillaires .....	32
Figure 2.5 : La distribution des poids moléculaires des PEHD. ....	34
Figure 2.6 : La distribution des poids moléculaires des PEBDL .....	35
Figure 2.7 : Propriétés rhéologiques du PEBDL 12J1 et du PEHD 16A en	

mesures dynamiques et à une température de 180 °C.

PEBDL 12J1:●  $\eta^*$ , ■  $G'$ , ▲  $G''$ . PEBDL 16A:○  $\eta^*$ , □  $G'$ , △  $G''$ , .... 36

figure 2.8 : La température du PEHD 12165 durant le processus d'extrusion au milieu de l'écoulement et près de l'entrée de la filière. .... 40

Figure 3.1 : Pression versus temps en zone 1. PEHD 12165,  $T=206^{\circ}\text{C}$ ,  $L/D=24$ ,  $D=1.6\text{ mm}$  .... 44

Figure 3.2 : Pression versus temps en zone 3, PEHD 12165,  $T=206^{\circ}\text{C}$ ,  $L/D=24$ ,  $D=1.6\text{ mm}$  .... 45

Figure 3.3 : Aspect morphologique du PEHD 12165 durant les oscillations et à une température de  $206^{\circ}\text{C}$  .... 48

Figure 3.4 : Aspect morphologique du PEHD 12165 durant les oscillations et à une température de  $222^{\circ}\text{C}$  .... 49

Figure 3.5 : Courbe d'écoulement du PEHD 12165 à  $206^{\circ}\text{C}$  avec des filières de rapport  $L/D$  égal à 24. l  $D=1.3\text{ mm}$ , m  $D=1.6\text{ mm}$ , n  $D=2\text{ mm}$ . .... 50

Figure 3.6 : Courbe d'écoulement du PEHD 16A à  $206^{\circ}\text{C}$  avec des filières de rapport  $L/D$  égal à 24. ●  $D=1.3\text{ mm}$ , ○  $D=1.6\text{ mm}$ , ■  $D=2\text{ mm}$ . ... 51

Figure 3.7 : Courbe d'écoulement du PEHD 12165 avec une filière de rapport  $L/D$  égal à 24 et de diamètre égal à  $1.6\text{ mm}$ . ○  $T=222^{\circ}\text{C}$ , ●  $T=206^{\circ}\text{C}$  . 54

Figure 3.8 : Courbe d'écoulement composée par deux branches .... 58



- Figure 3.9 : La courbe d'écoulement du PEHD 12165 dans la filière à deux capillaires et sous une température de 196 °C. ● grand capillaire (D=1.59 mm). ○ petit capillaire ( D=1.07 mm ) ..... 61
- Figure 3.10 : La courbe d'écoulement du PEHD 16A dans la filière à deux capillaires et sous une température de 200 °C. ( Wang. 1993) ..... 62
- Figure 3.11 : Taux de cisaillement apparent et pression du PEHD 12165 versus le RPM de la vis extrudeuse. T= 196 °C. ● grand capillaire (D=1.59 mm). ○ petit capillaire ( D=1.07 mm ) ..... 63
- Figure 3.12 : Taux de cisaillement apparent et pression du PEHD 16A versus le RPM de la vis extrudeuse. T= 200 °C, (Wang.1993) ..... 64
- Figure 3.13 : Courbe d'écoulement du PEHD 12165 avec la filière à deux capillaires et la filière à un seul capillaire sous une température de 196 °C . ● capillaire de la filière à deux capillaires (D=1.59 mm). ○ capillaire de la filière à un seul capillaire (D=1.6 mm). ..... 66
- Figure 3.14 : La courbe d'écoulement du PEBDL 12J1 avec la filière à deux capillaires et sous une température de 198 °C. ● grand capillaire. ○ petit capillaire ..... 67
- Figure 3.15 : Taux de cisaillement apparent et pression du PEBDL 12J1 versus le RPM de la vis extrudeuse. T=198 °C. ● grand capillaire (D=1.59 mm). ○ petit capillaire (D =1.07 mm ) ..... 68

Figure 3.16 : Schéma de la filière à deux capillaires .....	69
Figure 3.17 : Corrections de Bagley du PEBDL 12J1 avec des filières de diamètre égal à 1.6 mm. $T = 198\text{ }^{\circ}\text{C}$ . ....	70
Figure 3.18 : Corrections de Bagley du PEBDL 12J1 avec des filières de diamètre égal à 1.07 mm. $T = 198\text{ }^{\circ}\text{C}$ . ....	71
Figure 3.19 : $P_o$ ( excès de perte de charge dû aux effets d'entrée et de sortie) versus la vitesse moyenne d'écoulement et pour différents diamètres du capillaire. PB à 293 K D: $\diamond$ 0.7 mm; $\circ$ 1 mm; $\square$ 1.7 mm; $\Delta$ 2.1 mm (Vinogradov et al. 1984 ) .....	72
Figure 3.20 : La courbe d'écoulement du PEBDL 12J1 après correction des effets d'entrée et de sortie. La filière est à deux capillaires et sous une température de $198\text{ }^{\circ}\text{C}$ . l grand capillaire ( $D=1.59\text{ mm}$ ). m petit capillaire ( $D=1.07\text{ mm}$ ) .....	73
Figure 3.21 : Courbe caractéristique de la vis à $206\text{ }^{\circ}\text{C}$ et avec le PEHD 12165 dans des filières à un seul capillaire de rapport $L/D$ égal à 24. $\bullet$ $D=1.3\text{ mm}$ , $\circ$ $D=1.6\text{ mm}$ , $\blacksquare$ $D=2\text{ mm}$ . ....	76
Figure 3.22 : Courbe caractéristique de la vis à $206\text{ }^{\circ}\text{C}$ et avec le PEHD 16A dans des filières à un seul capillaire de rapport $L/D$ égal à 24. $\bullet$ $D=1.3\text{ mm}$ , $\circ$ $D=1.6\text{ mm}$ , $\blacksquare$ $D=2\text{ mm}$ . ....	77
Figure 3.23 : Courbes caractéristiques de la vis extrudeuse pour deux	

polyéthylènes linéaires dans la filière à deux capillaires. □ PEHD 12165, T=196 °C. ● PEBDL 12J1, T=198 °C. ....	78
Figure 3.24 : Les oscillations de la pression du PEHD 12165 à 206 °C et un RPM de 18.1 min <sup>-1</sup> . Filière de rapport L/D égal 24 et de diamètre D=1.6 mm. ....	80
Figure 3.25 : Les oscillations de la pression du PEHD 12165 à 206 °C et un RPM de 20 min <sup>-1</sup> . Filière de rapport L/D égal 24 et de diamètre D=1.6 mm. ....	80
Figure 3.26 : Les oscillations de la pression du PEHD 12165 à 206 °C dans un réservoir de longueur 5 pouces. L/D=24, D=1.3 mm ....	83
Figure 3.27 : Les oscillations de la pression du PEHD 12165 à 206 °C dans un réservoir de longueur 4 pouces. L/D=24, D=1.3 mm ....	83
Figure 3.28 : Les oscillations de la pression du PEHD 12165 à 206 °C dans un réservoir de longueur 3 pouces. L/D=24, D=1.3 mm ....	84
Figure 3.29 : Influence de la longueur du capillaire. PEHD 12165, T=206 °C, D=1.6 mm. A: L/D=24, B: L/D=16, C: L/D=12 ....	86
Figure 4.1 : Une oscillation de la pression .....	93
Figure 4.2 : Schéma d'un rhéomètre capillaire à débit imposé .....	93
Figure 4.3 : Cycle d'oscillations de la pression du PEHD B à une	

température de 160 °C et avec une filière de diamètre égal à 1.3 mm et de longueur égale à 21.6 mm. ( Durand. 1993 ) .....	98
Figure 4.4 : Oscillations de la pression et saut en débit à un taux de cisaillement apparent égal à $742 \text{ s}^{-1}$ . (Hatzikiriakos et Dealy. 1992) ....	100
Figure 4.5 : Oscillations de la pression et saut en débit à un taux de cisaillement apparent égal à $3710 \text{ s}^{-1}$ . (Hatzikiriakos et Dealy. 1992) ...	101
Figure 4.6 : Quantification des débits sur une période totale et sur les deux phases de compression et décompression par pesée des séquences morphologiques de l'extrudat ( Durand. 1993) .....	103
Figure 4.7 : Pression et débit massique versus temps normalisé $t/T$ . T: période des oscillations. (Hatzikiriakos et Dealy (1992) .....	103
Figure 4.8 : Oscillations de la pression enregistrées en différentes positions de la vis. PEHD 16A . $T=206 \text{ °C}$ . $D=2\text{mm}$ . $L/D=24$ . 1 – Pression à la fin de la vis. 2 – Pression dans le réservoir. 3 – Pression à 36 cm de la fin de la vis (la valeur exacte de la pression (3) est celle présentée par cette figure + 0.5 MPa ) .....	110
Figure 4.9 : Oscillations du couple exercé sur la vis extrudeuse. PEHD 16A. $T=206 \text{ °C}$ . $D=2 \text{ mm}$ . $L/D=24$ .....	111
Figure 5.1 : Vitesse de glissement, contrainte de cisaillement à la paroi et pression versus la distance axiale du capillaire. PEHD A à un taux de	

cisaillement apparent égal à 549 1/s. (Hatzikiriakos et Dealy. 1992) . . . .	120	
Figure 5.2 : Vitesse de glissement versus la distance axiale du capillaire.		
Les conditions à l'entrée du capillaire sont les mêmes que celles considérées dans la figure 5.1. 1: équation 5.7. 2: équation 5.17. . . . .	121	
Figure 5.3 : Pression versus la distance axiale du capillaire.		
Les conditions à l'entrée du capillaire sont les mêmes que celles considérées dans la figure 5.1. . . . .	122	
Figure 5.4 : Contrainte de cisaillement à la paroi versus la distance axiale du capillaire. Les conditions à l'entrée du capillaire sont les mêmes que celles considérées dans la figure 5.1. . . . .		123
Figure 5.5 : Vitesse de glissement versus la distance axiale du capillaire. PEHD A à un taux de cisaillement apparent égal à 549 1/s. 1: équation 5.7. 2: équation 5.17. . . . .		124
Figure 5.6 : Contrainte de cisaillement à la paroi versus la distance axiale du capillaire. PEHD A à un taux de cisaillement apparent égal à 549 1/s . . . . .		124
Figure 5.7 : La pression versus la distance axiale du capillaire. PEHD A à un taux de cisaillement apparent égal à 549 1/s . . . . .		125
Figure 5.8 : Le demi-conduit rectangulaire et conditions aux limites . . . .		127

Figure 5.9 : Profil de pression obtenue numériquement et analytiquement pour une compressibilité égale à $10^{-3}$ . . . . .	128
Figure 5.10 : Profil de vitesse obtenue numériquement et analytiquement pour une compressibilité égale à $10^{-3}$ . . . . .	129
Figure 5.11 : La géométrie d'écoulement utilisée par les auteurs. Les grandeurs sont sans dimensions. ( Georgios et Crochet 1994) . . . . .	130
Figure 5.12 : Courbes d'écoulement simulées par une loi de glissement non monotone. ( Georgios et Crochet 1994) . . . . .	131
Figure 5.13 : La simulation obtenue avec notre code de calcul . . . . .	132

## LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1 : Poids moléculaires moyens des polymères extrudés. ....	35
Tableau 3.1 : La contrainte critique du début des oscillations .....	52
Tableau 3.2 : Valeurs des contraintes critiques rapportées dans la littérature sur le début des oscillations .....	52
Tableau 3.3 : Les corrections de Bagley (e) pour le PEBDL 12J1 à une température égale à 198 °C. ....	72
Tableau 3.4 : Les paramètres d'oscillations du PEHD 12165 .....	82
Tableau 4.1 : Le saut en débit expérimental et théorique pour les données de Hatzikiriakos et Dealy. (1992) .....	102
Tableau 4.2 : Le saut en débit expérimental et théorique pour le PEHD 12165 et le PEHD 16A ( volume du réservoir est égal à 5 pouces ). ....	108
Tableau 4.3 : Le saut en débit expérimental et théorique pour le PEHD 12165 (volume du réservoir est égal à 3 pouces ). ....	108
Tableau 6.1 : Poids moléculaires moyens des polymères extrudés. ....	151
Tableau 6.2 : Le saut en débit expérimental et théorique pour les données de Hatzikiriakos et Dealy. (1992) .....	159

## LISTE DES SYMBOLES

### Nomenclature

$a$ : constante de la loi de glissement

$a_p$ : constante du polymère

$b$ : constante de la loi de glissement, distance axiale

$B^*$ : nombre de compressibilité

$c$ : constante de la loi de glissement

$c_2$ : constante de la loi de glissement proposée par Hatzikiriakos et Dealy

$c_1^*$ : constante de la loi de glissement proposée par Hatzikiriakos et Dealy

$c_2^*$ : constante de la loi de glissement proposée par Hatzikiriakos et Dealy

$D$ : diamètre

$D_c$ : diamètre du capillaire

$D_{c,g}$ : diamètre du grand capillaire

$D_{c,p}$ : diamètre du petit capillaire

$D_g$ : diamètre du grand capillaire

$D_p$ : diamètre du piston, diamètre du petit capillaire

$e$ : correction de Bagley

$E$ : énergie d'activation

$E(t,t')$ : tenseur de vitesse de déformation

$G^*$ : module complexe



$G$ : module de stockage

$G''$ : module de perte

$I$ : polydispersité

$h$ : hauteur

$H$ : hauteur de la conduite rectangulaire

$k$ : constante

$k_B$ : constante de Boltzmann

$L$ : longueur

$L_{res}$ : longueur du réservoir

$L/D$ : le rapport longueur diamètre du capillaire

$m$ : masse, paramètre de la loi de viscosité

$\dot{m}$ : débit massique

$\dot{m}$ : débit massique

$\bar{\dot{m}}$ : débit massique moyen

$\dot{m}_e$ : débit massique d'entrée

$\bar{\dot{m}}_e$ : débit massique moyen d'entrée

$\dot{m}_p$ : débit massique utilisé par Hatzikiriakos et Dealy

$\dot{m}_s$ : débit massique de sortie

$\bar{\dot{m}}_s$ : débit massique moyen de sortie

$\bar{\dot{m}}_{s,1}$ : débit massique moyen de sortie durant la montée de la pression

$\bar{m}_{12}$ : débit massique moyen de sortie durant la descente de la pression

$M_e$ : masse moléculaire d'enchevêtrement

$M_w$ : masse molaire moyenne en poids

$M_n$ : masse molaire moyenne en nombre

$\frac{M_w}{M_n}$ : polydispersité

$M_z$ : masse molaire moyenne à l'ordre  $z$

$M_{z+1}$ : masse molaire moyenne à l'ordre  $z + 1$

$m(t)$ : fonction mémoire

$n$ : indice de fluidité

$P$ : pression

$P^*$ : pression sans dimension

$P_o$ : pression au débit d'une oscillation

$P_i$ : pression au pic d'une oscillation

$P_f$ : pression à la fin d'une oscillation

$P_c$ : pression de correction de Bagley

$P_a$ : pression atmosphérique

$P_c$ : pression critique à l'apparition des oscillations

$P_{res}$ : pression dans le réservoir

$Q$ : débit d'écoulement

$Q_{fuite}$ : débit de fuite

$Q_{c.g}$ : débit d'écoulement dans le grand capillaire

$Q_{c.p}$ : débit d'écoulement dans le petit capillaire

$Q_{imp}$ : débit d'écoulement imposé

$Q_{pression}$ : débit par effet de pression

$Q_s$ : débit d'écoulement de sortie

$Q_{total}$ : débit total d'écoulement

$Q_{trainée}$ : débit de trainée

R: rayon

Re: nombre de Reynolds

$R_g$ : constante des gaz parfaits

RPM: nombre de rotation de la vis par minute

RPS: nombre de rotation de la vis par seconde

S: section du piston

$S_R$ : cisaillement de recouvrance

$S_{RC}$ : cisaillement de recouvrance critique

t: temps

$t_o$ : temps au début d'une oscillation

$t_1$ : temps au pic d'une oscillation

$t_2$ : temps à la fin d'une oscillation

t': temps

$t^*$ : temps sans dimension

$t_p$ : période d'oscillation

$T$ : température

$T_{eq}$ : temps d'équilibre

$T_d$ : temps de reptation

$T_{ref}$ : température de référence

$V$ : vitesse

$V^*$ : vitesse sans dimension

$\bar{V}$ : vitesse moyenne

$V_{res}$ : volume du réservoir

$V_p$ : vitesse de piston

$V_w$ : vitesse de glissement

$V_{w,g}$ : vitesse de glissement dans le grand capillaire

$V_{w,p}$ : vitesse de glissement dans le petit capillaire

$w$ : fréquence, épaisseur

$x$ : distance

$y$ : distance

$z$ : distance

### **Symboles grecs**

$\alpha$  : paramètre du modèle d'oscillateur de relaxation

$\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3$ : paramètres du loi de glissement non monotone

$\beta$ : coefficient de compressibilité

$\dot{\gamma}$ : taux de cisaillement

$\dot{\gamma}^*$ : taux de cisaillement sans dimension

$\underline{\dot{\gamma}}$ : tenseur de vitesse de déformation

$\dot{\gamma}_{ap}$ : taux de cisaillement apparent

$\dot{\gamma}_{h1}$ : taux de cisaillement dans la première branche d'écoulement

$\dot{\gamma}_{h2}$ : taux de cisaillement dans la deuxième branche d'écoulement

$\dot{\gamma}_{cs}$ : taux de cisaillement sans glissement

$\dot{\gamma}_{imp}$ : taux de cisaillement imposé

$\dot{\gamma}_z$ : taux de cisaillement associé au grand capillaire

$\dot{\gamma}_p$ : taux de cisaillement associé au petit capillaire

$\delta$ : distance séparant la paroi interne du fourreau et la tête du filet

$\xi$ : constante de la loi de glissement proposé par Hatzikiriakos et Dealy

$\epsilon$ : paramètre d'ajustement

$\eta$ : viscosité du polymère

$\eta_0$ : viscosité du polymère à faible taux de cisaillement

$\theta$ : angle

$\lambda$ : temps de relaxation

$\rho$ : masse volumique

$\rho_0$  : masse volumique à pression de référence

$\sigma$  : contrainte de cisaillement

$\underline{\sigma}$  : tenseur des contraintes

$\sigma'$  : contrainte de cisaillement sans dimension

$\sigma_{ap}$  : contrainte de cisaillement apparent

$\sigma_c$  : contrainte de cisaillement critique à l'apparition des oscillations

$\sigma_n$  : contrainte de cisaillement normal

$\sigma_w$  : contrainte de cisaillement à la paroi

$\sigma_{wp}$  : contrainte de cisaillement après correction d'effets d'entrée et de sortie

$\phi$  : angle

## **LISTE DES ANNEXES**

<b>ANNEXE 1: LES EFFETS THERMIQUES .....</b>	<b>147</b>
--	------------

## INTRODUCTION

La découverte des polyéthylènes a eu lieu il y a 61 ans. Au premier jour de la deuxième guerre mondiale, six ans après leur apparition, la production commerciale a atteint 100 tonnes par jour. Durant le conflit, le volume de production a été multiplié par  $2.10^5$ . Dans le même temps, un certain nombre de procédés de polymérisation alternative a été proposé donnant naissance à autant de type de polyéthylènes (PE). Bien qu'appartenant à la famille des PE, chaque nouveau type peut présenter un comportement particulier. Il nécessite ainsi une caractérisation physico-chimique et une évaluation de son potentiel commercial. Les propriétés rhéologiques sont d'ailleurs intimement liées au potentiel industriel du polymère puisque le taux de production se trouve limité par l'apparition des défauts. Ces défauts restreignent les opportunités technologiques de la résine et il est donc intéressant d'en comprendre l'origine. De nombreux travaux y ont été alors consacrés. Plusieurs auteurs les associent généralement à des instabilités d'écoulement. Ces instabilités se manifestent, soit par l'écoulement oscillatoire, soit par différents types de distorsions qui apparaissent sur le produit final pendant un procédé d'extrusion. Cependant, malgré les recherches réalisées depuis plusieurs décennies, le problème de ces instabilités n'est toujours pas résolu et les mécanismes qui régissent les différents phénomènes font encore l'objet d'âpres débats.

Afin de mieux cerner le problème, un classement des défauts a été réalisé. Dans un premier temps, les défauts ont été regroupés par rapport à l'observation morphologique du produit extrudé. Les différentes catégories allant de simples irrégularités de surface aux grosses distorsions de volume. Après que différents auteurs aient considéré que les défauts étaient liés aux instabilités d'écoulement, un nouveau classement a été proposé. On y distingue deux classes de défauts (Durand. 1993). La première regroupe les polymères branchés ainsi que ceux qui ont un grand encombrement stérique (polyéthylènes basse



densité synthétisés à haute pression, polystyrène et polypropylène). Une deuxième classe regroupe les polymères linéaires comme le polyéthylène haute densité, le polybutadiène et le polyisoprène. Cette dernière classe se caractérise notamment par l'apparition de l'écoulement oscillatoire.

On distingue également divers types d'explications. Les légers défauts de surface apparaissent à faible taux de cisaillement et sont généralement connus sous le nom de peau de requin. Ces défauts seraient associés aux effets de sortie de la filière: dans cette région, on observe une grande concentration des contraintes. Les défauts de volume, eux, seraient liés à un changement de la condition d'écoulement à la paroi de la filière: le polymère commence à glisser quand la contrainte de cisaillement à la paroi croît. D'une manière générale, les défauts seraient d'autant plus graves que le niveau de contrainte est élevé. Une autre explication est fondée sur des concepts constitutifs: les défauts seraient initiés par des effets d'élasticité voire d'orientation moléculaire. Enfin, d'autres auteurs combinent le comportement constitutif, la compressibilité et le glissement pour expliquer l'écoulement oscillatoire.

Dans cette étude, des expériences d'extrusion de polyéthylènes à haute densité et à basse densité sont présentées. Plus précisément, nous cherchons à analyser les effets de la compressibilité et du glissement dans l'écoulement oscillatoire et dans les autres formes d'instabilités. Nous nous intéressons à étudier ces polymères parce que ce sont des principaux produits sur les marchés de consommation et de vente. Dans une étude publiée dans la revue 'Modern Plastics', Jan.95 sur la capacité de production, de vente et de consommation au Canada, les polyéthylènes représentent 48% des demandes domestiques et 66% du taux des ventes internes durant l'année 1994. En 1995 au Canada la capacité totale de production des résines a atteint 7162 millions de livres. La capacité de production des polyéthylènes forme 69% de la capacité totale.

Les travaux sur les instabilités d'extrusion sont nombreux tant sur le plan expérimental que théorique et font l'objet de la revue bibliographique présentée dans le premier chapitre. Nous y procédons à l'analyse et à la critique de certains travaux de la littérature. Cette analyse nous permet de préciser les limites de cette étude ainsi que ses idées directrices.

Le deuxième chapitre comprend trois parties. La première partie concerne les aspects techniques. Nous y présentons les caractéristiques de l'extrudeuse et des filières utilisées dans notre travail. Quelques propriétés physico-chimiques des polymères extrudés sont présentées dans la deuxième partie et la troisième présente l'aspect théorique. Cette dernière partie est un rappel bref des principes de fonctionnement de l'extrudeuse.

Dans le troisième chapitre, nous présentons l'étude expérimentale de l'instabilité de l'écoulement oscillatoire. Néanmoins, nous interprétons l'effet du glissement sur les instabilités et nous estimons la vitesse de glissement pour un des polymères extrudés.

À la lumière des observations expérimentales, une analyse de l'effet de la compressibilité sur les oscillations est présentée dans le quatrième chapitre. Nous démontrons à l'aide d'un bilan de masse et un modèle de compressibilité le rôle de la compressibilité dans le saut en débit durant les oscillations de pression.

Le cinquième chapitre est centré sur une revue des travaux de modélisation du glissement dans les instabilités d'extrusion. la première partie est consacrée à une validation du modèle de glissement développé par Hatzikiriakos et Dealy (1992). Une simulation numérique des oscillations par un modèle de compressibilité et de glissement est présentée dans la deuxième partie de ce dernier chapitre. La résolution des équations d'écoulement est faite par la méthode des éléments finis.

Enfin, nous concluons sur les contributions faites dans ce travail et nous faisons des recommandations pour les travaux futurs.

# CHAPITRE 1

## REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

Dans cette revue, les travaux expérimentaux s'intéressant au phénomène d'instabilité sont présentés ainsi que les explications proposées et les développements théoriques réalisés dans la littérature. Les observations expérimentales sont présentées dans la première section. Les idées principales qui sont bâties pour le développement des modèles sont traitées dans la deuxième section. Nous étudions dans cette dernière section les modèles physiques qui nous ont paru les plus intéressants.

### 1.1 Travaux expérimentaux

#### 1.1.1 Les outils d'extrusion.

Nous décrivons les différents appareils utilisés pour l'extrusion de polymère tout en s'attachant à dégager leur intérêt respectif pour étudier les instabilités. Nous soulignons notamment les avantages de travailler avec une extrudeuse.

##### Les rhéomètres capillaires

On distingue deux types de rhéomètres: les uns fonctionnent à débit imposé, les autres à pression imposée. Les rhéomètres sont des appareils de laboratoire. Ils sont utilisés pour déterminer les propriétés rhéologiques des polymères. Ils fonctionnent en discontinu et à faible taux de cisaillement comparativement à une extrudeuse. La grande majorité des travaux sur les instabilités d'écoulement a été réalisée avec des rhéomètres capillaires. Pourtant, Ramamurthy (1986) a montré que ce choix n'était pas idéal. Il a étudié l'influence de la nature de la filière sur les défauts. Pour ce faire, il a extrudé des polyéthylènes linéaires et branchés d'une part avec des rhéomètres capillaires et d'autre

part avec un montage industriel de soufflage de gaines. Il a constaté que les rhéomètres capillaires n'étaient pas appropriés pour étudier les instabilités: en effet, dans les rhéomètres capillaires les temps d'observations sont trop courts et l'influence de la nature de la filière est moins manifeste que dans un procédé industriel.

### L'extrudeuse à simple vis

C'est une machine industrielle qui sert à transformer les résines en produits d'usages. De plus, on peut atteindre des taux de cisaillement élevés et elle peut fonctionner en continu ce qui permet des temps d'observation aussi long que l'on veut.

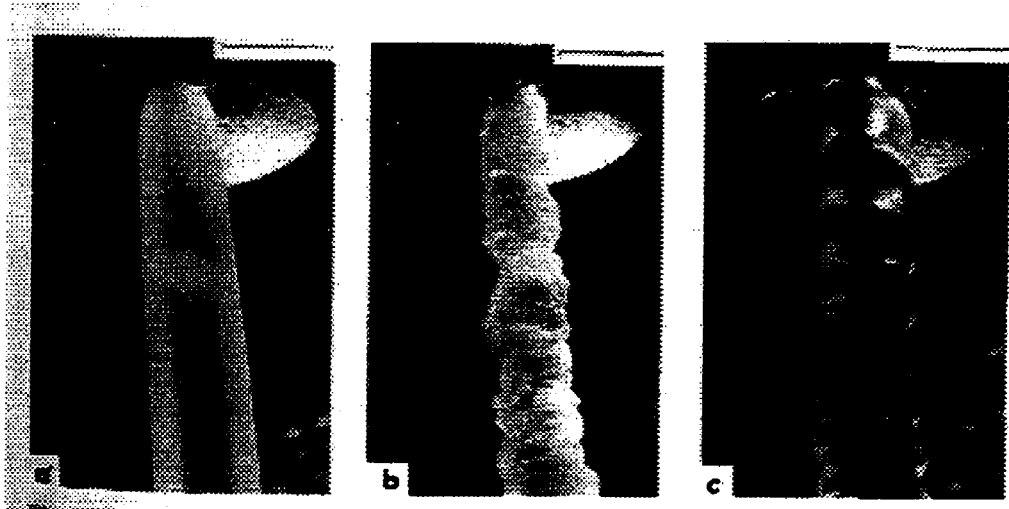
#### **1.1.2 Les observations expérimentales**

Il est important de rappeler que la plupart des travaux reportés dans la littérature sont effectués sur des rhéomètres capillaires.

### Compilation de contributions expérimentales

La surface et la forme du produit en sortie de la filière dépendent de la nature du polymère utilisé ce que Kalika et Denn (1987) ont noté lorsqu'ils ont extrudé des polyéthylènes linéaires et branchés. De nombreux auteurs ont associé la nature des défauts à des conditions d'écoulement: Tordella (1969), Petrie et Denn (1976), Boudreaux et Cuculo (1978) ont rapporté que les distorsions sont observées quand la recouvrance ( $S_R$ ) atteint une valeur comprise entre 1 et 10. La recouvrance étant défini comme étant le rapport de la contrainte de cisaillement à la paroi ( $\sigma_w$ ) par la module d'élasticité ( $G$ ).

De multiples défauts apparaissent pendant le procédé d'extrusion et sont classés en trois catégories principales (défaut type peau de requin, défaut d'oscillations et les grosses fractures). Sur la figure 1.1, certains types de défauts sont exposés.



**Figure 1.1 : Écoulement dans une filière cylindrique. (a) défaut peau de requin des polydiméthylsiloxane ( $M_w = 4.3 \cdot 10^5$ ) à un nombre de Weissenberg égal à 0.3. (b) grosses fractures du même polymère à un nombre de Weissenberg égal à 0.35. (c) distorsions hélicoïdales du polydiméthylsiloxane linéaire ( $M_w = 1.3 \cdot 10^5$ ) à un nombre de Weissenberg égal à 1.15. La barre à droite en haut de chaque figure représente 1 mm. ( Piau et al.,1990).**

Larson (1992), dans une revue sur les instabilités d'écoulement des fluides viscoélastiques a considéré que, les défauts de peau de requin et les gros défauts se distinguent par l'apparence de l'extrudat, les conditions critiques d'apparition et par l'écoulement à l'intérieur de la filière. Alors que Piau et al.(1990) distinguent les grosses fractures par une variation de 10% du diamètre de l'extrudat.

Plusieurs travaux se sont consacrés au défaut de peau de requin. Sornbeger et al.(1987) ont utilisé une technique cinématographique pour quantifier le défaut de peau de requin et ont observé que ce défaut dépend de la température et du débit d'écoulement. Gogswell et Lamb (1967) ont noté que le défaut de surface peut être éliminé en chauffant plus la sortie de la filière. Benbow et Lamb (1961), Vinogradov et al. (1972), Piau et al.(1990), Moynihan et al. (1990) ont rapporté que le défaut de peau de requin est initié près de la

sortie de la filière et que ce défaut dépend de la longueur de la filière. Ramamurthy et al. (1986), Moynihan et al (1990) ont montré que le matériau avec lequel la filière est fabriquée peut retarder ou accélérer les défauts de surface.

Dans la première étape les auteurs ont essayé de caractériser les deux types de défauts et ils sont moins intéressés à en chercher l'origine. Si plusieurs travaux se sont intéressés plus particulièrement à l'étude des défauts de type peau de requin, on trouve au contraire peu d'auteurs qui ont étudié les gros défauts généralement appelés défauts de volume. Benbow et Lamb (1961) ont rapporté que l'apparition de grosses fractures est parfois accompagnée d'un écoulement en régime non stationnaire. Utracki et Gendron (1984), Beaufile et al. (1989) ont noté que l'extrudat finit par avoir une forme chaotique à grand débit d'extrusion. Si les défauts de surface (peau de requin) et les grosses fractures sont communs à plusieurs polymères, les oscillations de pression et de débit à la sortie sont en revanche caractéristiques plus particulièrement des PEHD et d'autres polymères comme les polybutadiènes et des polyisoprènes rapportés dans les travaux de Vinogradov et al.(1972) et les PEBDL (Utracki et Gendron 1984). Les oscillations de pression et de débit de sortie sont observées dans le processus d'extrusion avec un rhéomètre à débit imposé ou avec une extrudeuse à simple vis. L'extrusion dans un rhéomètre à pression imposée engendre un débit oscillatoire.

Deux observations intéressantes concernant le lieu et les défauts des oscillations sont rapportées par Wang (1993) qui a observé des oscillations de la pression en amont et à la paroi d'une filière plate. Alors que l'aspect de la surface durant les oscillations est une succession des aspects apparus pendant l'écoulement qui vient avant et après l'écoulement oscillatoire (Ramamurthy, Kalika, 1986, Villemaire et al. 1984, Hatzikiriakos et Dealy, 1992, El Kissi et Piau, 1990).

Larson (1992) considère que les oscillations de pression génèrent un mouvement de compression et de contraction du polymère dans le réservoir et qui est propagé dans la filière et initie des oscillations de débit.

### La courbe d'écoulement

#### ❑ La dépendance des défauts et de la courbe d'écoulement

L'apparition des instabilités n'est pas un phénomène singulier qui touche seulement le produit à la sortie de la filière. la courbe d'écoulement est aussi affectée par ces instabilités. Rappelons que la courbe d'écoulement est la variation de la contrainte de cisaillement (à la paroi ou apparente) en fonction du taux de cisaillement (à la paroi ou apparent). Les corrections de Bagley et celles de Rabinowitsh sont nécessaires pour avoir les valeurs de la contrainte de cisaillement et le taux de cisaillement à la paroi de la filière. Le calcul des corrections donne une information importante sur l'analyse des effets élastiques et visqueux dans le comportement des polymères.

Les défauts de surface et de volume sont reliés à un changement de pente sur la courbe d'écoulement (Petrie et Denn ,1976, Ramamurthy et Kalika, 1986). En présence de l'écoulement oscillatoire la courbe d'écoulement présente une discontinuité. La courbe est composée de deux branches séparées par la région des oscillations.

Bagley (1958) a extrudé des polyéthylènes linéaires dans un rhéomètre à pression imposée et la description de l'expérience se réfère sur la figure suivante:

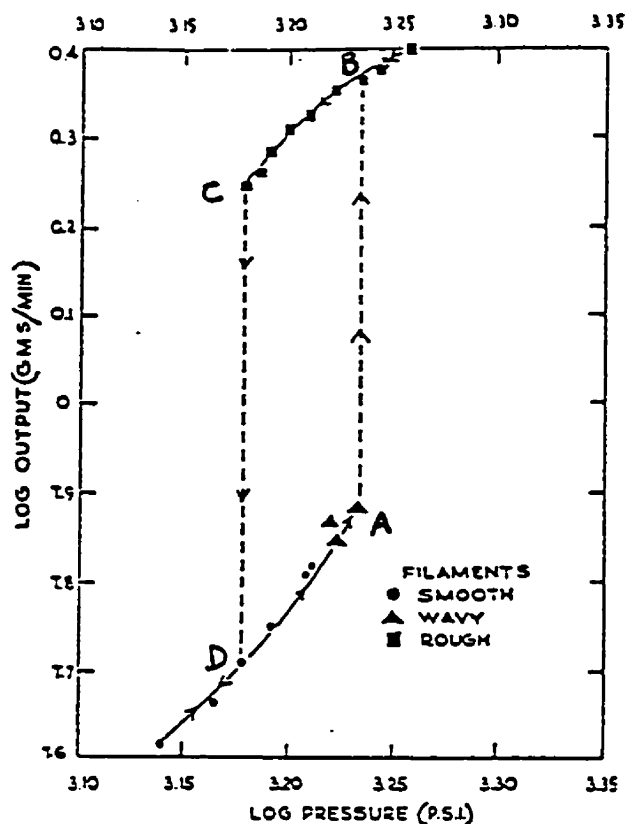


Figure 1.2 : La discontinuité de la courbe d'écoulement d'un polyéthylène à haute densité ( Bagley et al. 1958)

Loin du cycle d'hystérésis (ABCD), à chaque pression correspond une valeur de débit. Lorsque la pression atteint une valeur critique (A) le débit passe brusquement à une valeur supérieure. Ceci veut dire qu'à la même pression on a deux valeurs de débit qui sont différentes. On continue à augmenter la pression à partir de (B) en suivant la deuxième branche, chaque pression donne une valeur unique de débit. En inversant le cycle de travail et en extrudant à partir de la valeur maximale de la pression atteinte sur la deuxième branche. On diminue la pression jusqu'au point (C). En (C) le débit chute brusquement. On passe sur la première branche (D). De nouveau chaque pression donne une valeur de débit.



El Kissi et Piau (1990) ont extrudé des polymères à base de silicone dans un rhéomètre à pression imposée et ont obtenu des courbes similaires à celles de Bagley.

Plusieurs auteurs (Den Otter, 1976; Ballenger et al., 1971; Utracki et Gendron, 1984; Ramamurthy et kalika, 1986; Li, H., Hurlmann, Meissner, 1986; Denn, 1987; Durand; 1993) ont extrudé des polyéthylènes à haute densité ou à basse densité linéaires dans un rhéomètre à débit imposé et ont rapporté des courbes comme celle de la figure 1.3.

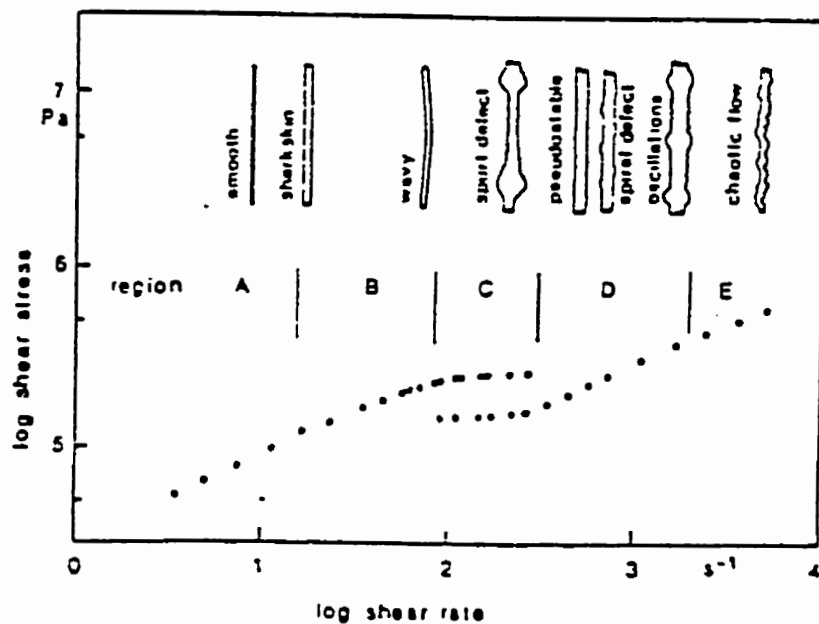


Figure 1.3 : La courbe d'écoulement avec deux branches d'écoulement stables. (Becker et al. 1991)

Le taux de cisaillement est calculé à partir du débit imposé. La contrainte de cisaillement est obtenue à partir de la pression et du rapport  $L/D$ . La figure 1.3 montre que l'extrudat présente différents défauts. Généralement, ces défauts sont légers au début et finissent par prendre une forme chaotique. Le défaut peau de requin apparaît à une contrainte critique ( $\sigma_c$ ) de l'ordre 0.1 MPa ( $\sigma_c = 0.1 \pm 0.14$  MPa selon Ramamurthy et Denn, 1986;  $\sigma_c = 0.09$  MPa selon Hatzikiriakos et Dealy, 1992). L'écoulement oscillatoire apparaît à une

contrainte critique de l'ordre  $0.4 \pm 0.1$  MPa (Petrie et Denn, 1976; Kalika et Denn, 1987; El Kissi et Piau, 1990 ).

Les polymères qui ne présentent pas les oscillations montrent des changements de pente sur leur courbe d'écoulement (Bagley, 1957; Ramamurthy et Denn, 1986 ).

Tordella (1956) a étudié plusieurs polymères mais il n'a pas rapporté un changement de pente qui soit relié à un type donné de défaut.

Bartos et al. (1971), Schott et Kaghan (1959) ont extrudé des polyéthylènes branchés et n'ont pas rapporté de changement de pente sur leur courbe d'écoulement.

### Les paramètres qui affectent les défauts

Les instabilités dépendent de la structure du polymère, de la température, des paramètres géométriques et des matériaux avec lesquels sont traités ou fabriqués les filières.

Bagley (1961) a relié la contrainte critique ( $\sigma_c$ ) de début des instabilités observées lors de l'extrusion des polyéthylènes linéaires à la masse moléculaire ( $M_w$ ) et à la température (T). Il a corrélié ces grandeurs comme suit:

$$\sigma_c M_w = \rho R_g T S_{RC} \quad (1.1)$$

$R_g$  : constante des gaz parfaits

$\rho$  : masse volumique

$S_{RC}$  : cisaillement de recouvrance associé à  $\sigma_c$

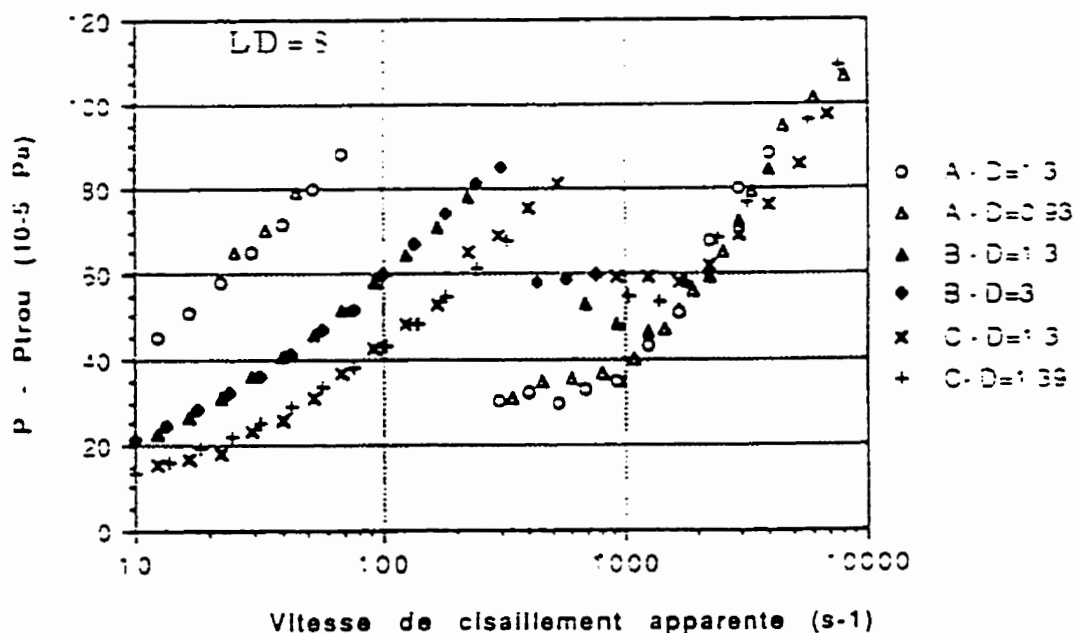
Vlachopoulos et al. (1972) ont déterminé que la structure du polymère est un facteur déterminant pour les instabilités. Ils ont utilisé la théorie développée sur le gonflement des polymères à la sortie de la filière pour corréler la contrainte critique de cisaillement au poids moléculaire et à la température. Ils ont obtenu pour les polystyrènes qui ont différentes distributions de poids moléculaires la relation suivante:

$$S_{RC} = 2.65 \frac{(M_z M_{z+1})}{M_w} \quad (1.2)$$

$S_{RC}$  : cisaillement de recouvrance associé à  $\sigma_c$

Schreiber (1969) a rapporté que les polyéthylènes linéaires de poids moléculaire ( $M_w$ ) inférieur à 18000 (kg/mol) ne montrent pas une discontinuité de la courbe d'écoulement. Rudin (1970) a observé que les défauts des polymères qui ont de larges distributions moléculaires sont plus sévères que ceux qui ont des distributions étroites.

Den Otter (1971) a noté que les polymères branchés se caractérisent par un écoulement avec des vortex s'ils sont extrudés dans des filières avec entrées brusques. Ces vortex augmentent l'intensité des défauts. Hatzikiriakos et Dealy. (1992) le glissement dans l'écoulement de la première branche pour six polyéthylènes hautes densités ( poids moléculaires comparables et polydispersités différentes). Leur modèle de glissement prévoit une décroissance du glissement avec la polydispersité. Or, l'examen de leurs résultats illustrés par des graphes montre que le glissement ne dépend pas de la polydispersité selon une relation régulière. Durand (1993) a étudié trois polyéthylènes à haute densité et de différents poids moléculaires et présentant un écoulement oscillatoire. Durand a rapporté que la première branche de l'écoulement avant les oscillations est sensible à la distribution moléculaire alors que la deuxième branche y est moins sensible.



**Figure 1.4 : Courbes d'écoulement à un  $L/D$  égal à 8 pour trois ( A, B, C ) PEHD de différents poids moléculaires ( A,  $M_w = 230$  kg/kmol; B,  $M_w = 200$  kg/kmol; C,  $M_w = 190$  kg/kmol ).( La pression est corrigée par la pression de la filière trou.). ( Durand, 1993)**

Ce résultat confirme l'étude de Vinogradov et al.(1984) à la différence près que ces derniers n'ont pas étudié la distribution moléculaire mais celle de la polydispersité ( $\frac{M_w}{M_n}$ ).

La température a un effet important sur la première branche. Mais l'effet est moins notable sur la deuxième branche (Uhland, 1979; Vinogradov et al., 1984 ).

Récemment, Wang et al.(1994) ont montré en étudiant les distorsions des PEHD et des PEBDL par une méthode statistique appelée 'Screening Design' que les facteurs principaux qui gouvernent les distorsions sont la contrainte de cisaillement et le poids moléculaire.

La distribution moléculaire et la température ont été peu étudiées dans la littérature. Cependant, ceux qui ont effectué des travaux sur ces deux paramètres aboutissent à la

même conclusion qui pourra être interprétée par la relation de Bagley ( $\sigma_c M_w = \rho R_c TS_{RC}$ ). De nombreux auteurs ont analysé l'effet des matériaux sur les instabilités et rapportent des observations contradictoires.

Metzger et Hamilton (1964) ont extrudé des polyéthylènes linéaires dans des filières fabriquées avec différents matériaux (téflon, bronze, acier). Vinogradov et al. (1984) ont aussi utilisé des filières en acier et carbone, en téflon, et en verre. Ces auteurs ont rapporté que le téflon seul a un effet notable sur la contrainte de cisaillement ( $\sigma_c$ ) critique où apparaissent les instabilités. Ramamurthy (1984) a étudié l'effet des matériaux (aluminium, cuivre, acier et carbone, porcelaine, chrome) sur le processus d'extrusion dans un rhéomètre capillaire et celui de soufflage des films. Il a rapporté que la contrainte critique de déclenchement des légers défauts dépend de la nature du métal et celle qui correspond à l'apparition des grosses fractures n'en dépend pas. Au cours du processus de soufflage, il a en particulier observé que le cuivre et la chrome aggravent les défauts alors que la porcelaine les inhibe. Hatzikiriakos et Dealy (1992) ont traité la paroi des filières exposée à l'écoulement par un fluoroélastomère et ont remarqué que le fluoroélastomère favorise le glissement. Les paramètres géométriques ont aussi été l'objet de plusieurs études. Selon les travaux de Bagley et al., 1963; Ballenger et al., 1971; Den Otter, 1971 les distorsions des polymères branchés sont atténuées par la longueur de la filière. Quant aux distorsions des polymères linéaires à basse densité et à haute densité, elles s'aggravent lorsque la longueur de la filière décroît (Ballenger et al., 1971; Den Otter, 1971).

Ces observations parfois ne sont pas toujours évidentes. La longueur de la filière influence non seulement les distorsions mais aussi le gonflement car le gonflement décroît avec la longueur.

White (1973) a rapporté que la contrainte critique des instabilités ne dépend pas du diamètre de la filière.

### Influence des écoulements à l'entrée et à l'intérieur de la filière

Devant l'incertitude sur la nature des instabilités, on pourrait pensé que des techniques de visualisation à l'entrée et à l'intérieur de la filière permettront d'en savoir plus.

L'écoulement à l'entrée de la filière est étudié par plusieurs auteurs. Schott et Kaghan (1959), Tordella (1963), Beaufile et al. (1989) qui ont utilisé la technique de la biréfringence pour observer l'écoulement des polyéthylènes linéaires et branchés. Leurs clichés de biréfringence des polyéthylènes linéaires sont uniformes et ne présentent pas un maximum à l'entrée de la filière. Les clichés des polyéthylènes branchés présentent un maximum à l'entrée. Ce maximum fluctue lorsque les conditions critiques des instabilités apparaissent. Vinogradov et al. (1972) ont observé sur les clichés de biréfringence des taches discontinues et une distribution non uniforme des franges le long de la filière. Ils ont expliqué ces observations par une alternance d'adhésion et de glissement du polymère près de la paroi de la filière. Beaufile et al. (1989) ont observé la formation des vortex à l'entrée de la filière lors de l'écoulement des polyéthylènes branchés. Les vortex sont absents dans l'écoulement des polyéthylènes linéaires.

La technique de vélocimétrie a été aussi utilisée pour mesurer les variations de la vitesse d'écoulement dans le réservoir et à l'intérieur de la filière.

Nakamura et al. (1987) a extrudé des polyacrylamides et des hydroxy-méthylcelluloses dans un rhéomètre à pression imposée. Il a observé que les grosses fractures apparaissent quand l'écoulement spirale se forme au centre du réservoir.

Oyanagi (1973) a chargé des polyéthylènes à haute densité avec un marqueur en faible quantité. Il a observé une perte de symétrie des lignes de courants ( les couches colorées sont déformées ) quand les grosses fractures apparaissent.

Les diamètres des filières étant petits, les taux de cisaillement peuvent être très élevés à l'intérieur de la filière. De plus, les polymères sont extrudés dans des filières cylindriques. Toutes ces conditions rendent la visualisation de l'écoulement à l'intérieur de la filière plus difficile. Cependant, on trouve peu d'auteurs qui se sont consacrés à l'étude de l'écoulement à l'intérieur de la filière. Bartos et Holomek (1971) ont utilisé une caméra cinématographique pour étudier l'écoulement dans la filière.

El Kissi et Piau (1990) ont suivi les trajectoires d'un marqueur injecté avec le polymère. Et Benbow et Lamb (1961) ont enregistré les déformations des disques colorés de fluide dans la filière. Ces auteurs ont ainsi prouvé l'existence de glissement à la paroi de la filière.

Nous avons présenté comment les auteurs ont tenté d'établir des relations entre les instabilités et divers paramètres de procédé d'extrusion. L'étape suivante consiste à exposer les travaux de modélisation. Pour y parvenir, l'introduction de certains concepts ( glissement, compressibilité et instabilité liée au comportement du polymère) résumant et mettent en évidence les influences notées ci–avant. Ce sont ces concepts que nous précisons dans la première parties de cette section. La partie suivante détaille les modélisations qui ont été proposées.

## **1.2 Travaux de modélisation**

L'introduction du glissement, de la compressibilité et d'une loi constitutive semblent toutes les trois donner des résultats intéressants. C'est pourquoi nous les étudierons dans notre travail.

### **1.2.1 Les idées–forces de la modélisation**

Dans la littérature, on tend à expliquer les défauts d'extrusion par les instabilités constitutives et le glissement et dans le cas des écoulements oscillatoires par la compressibilité. Actuellement, les instabilités constitutives et le glissement sont

prometteurs pour la prédiction de la variation non monotone de la courbe d'écoulement des polymères à écoulement oscillatoire, le saut en débit, l'effet de certains paramètres géométriques et moléculaires. Dans la cinématique de l'écoulement oscillatoire on inclut la compressibilité et, soit le glissement, soit une loi de comportement.

Denn (1990) a rapporté que les défauts d'extrusion sont causés soit par une rupture d'adhésion du polymère (glissement), soit par une rupture mécanique intrinsèque au polymère (instabilités constitutives: Vinogradov, 1984; Leonov, 1984). Larson (1992) a considéré que le mécanisme de glissement et les instabilités constitutives sont de nature différente. Mais, il mentionne qu'il est difficile de les distinguer puisque les deux décrivent qualitativement les phénomènes observés du saut de débit et de la courbe d'écoulement non monotone. Lupton et Regester (1965), Weill (1978) ont considéré que la compressibilité est une condition suffisante mais non nécessaire pour décrire les variations temporelles de la pression durant l'écoulement oscillatoire.

### **1.2.2 Les modèles physiques développés dans la littérature**

On retrouve les deux types d'approches habituelles. La première approche est moléculaire qui se base sur une idée de ce qui se passe au niveau des molécules, on aboutit à une loi de comportement par introduction de la viscoélasticité. Dans la deuxième qui est phénoménologique, on s'inspire des phénomènes et on cherche à les décrire en introduisant des lois empiriques.

#### **Les approches moléculaires**

Ici, nous donnerons simplement la loi constitutive introduite et ses performances pour modéliser les instabilités.

Mc Leish et Ball (1986) ont modifié le modèle de reptation de Doi et Edwards (1978, 1979) en incluant un processus de désenchevêtrement. On rappelle que le modèle de Doi et Edwards est développé pour des solutions où des polymères fortement



enchevêtrés. On donne ici le modèle proposé par Mc Leish et Ball. Le tenseur de contrainte est exprimé sous forme intégrale.

$$\underline{\sigma} = \int_{-\infty}^t G_n m(t-t') Q_n[E(t,t')] + \frac{1}{T_{eq}} \exp\left(-\frac{t-t'}{T_{eq}}\right) (Q[E(t,t')] - Q_n[E(t,t')]) dt' \quad (1.3)$$

$$G_n = 3k_B T,$$

{ $K_B$ : constante de Boltzmann,  $T$ : température,  $\rho$  : densité de la chaîne moléculaire}

$T_{eq}$ : temps d'équilibre

$$m(t) = \sum_{p, \text{ impair}} \frac{8}{\pi^2 p^2} \exp\left(-\frac{p^2}{T_d}\right) : \text{fonction mémoire.}$$

$T_d$ : temps de reptation,

$E(t,t')$ : tenseur de déformation.

$$Q_n(E) = \langle |E \cdot u| \rangle < \frac{(E \cdot u)(E \cdot u)}{(E \cdot u)} >$$

$$Q(E) = \frac{1}{\langle |E \cdot u| \rangle} < \frac{(E \cdot u)(E \cdot u)}{|E \cdot u|} >$$

$u$  : vecteur directeur d'un segment de la chaîne moléculaire.

$\langle \rangle$  : valeur moyenne.

$|E \cdot u|$  : longueur du segment de la chaîne moléculaire

$\frac{(E \cdot u)}{|E \cdot u|}$  : direction de la chaîne moléculaire

Mc Leish et Ball superposent les prédictions de leur modèle aux résultats expérimentaux rapportés par Vinogradov et al. (1972) dans la figure 1.5 .

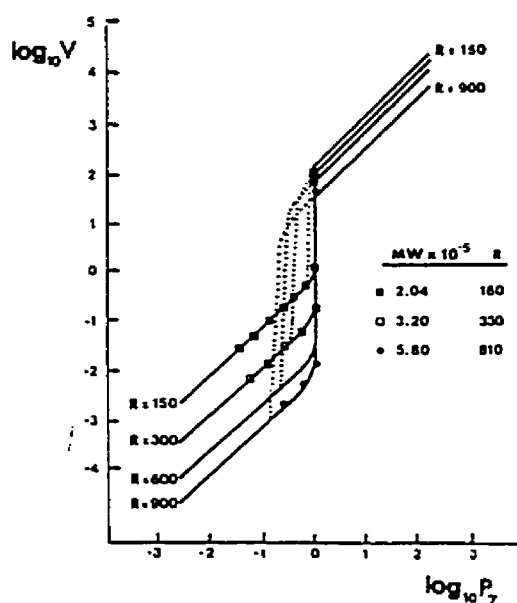


Figure 1.5 : Courbes d'écoulement à différentes valeurs de  $R_n$ . Confrontation avec les données expérimentales de polybutadiène publiées par Vinogradov, en prenant  $R_n = 0.3(M/M_e)^{1.5}$ . les lignes en points correspondent à l'écoulement oscillatoire. ( Mc Leish et Ball 1986)

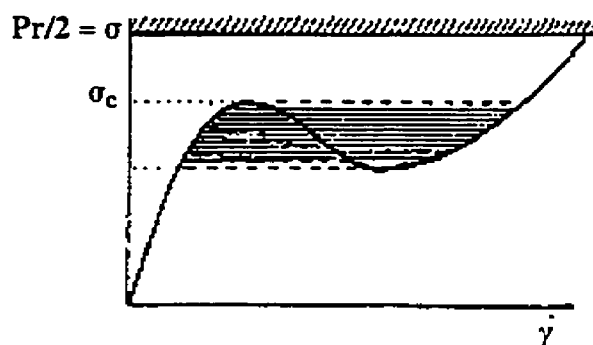
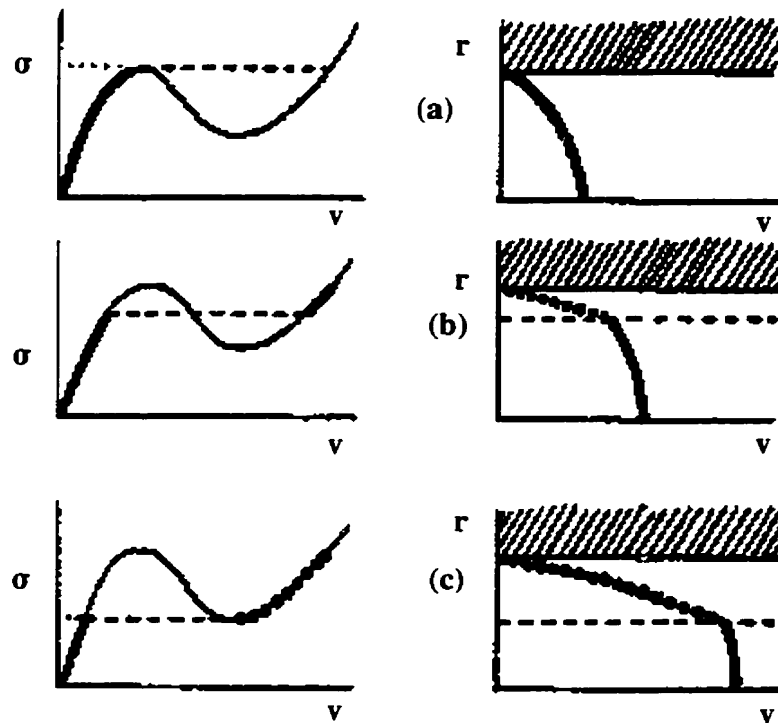


Figure 1.6 : Contrainte de cisaillement versus le taux de cisaillement ( Mc Leish et Ball, 1986)



**Figure 1.7 : Propagation de l'interface ( lignes pointillées ) de la région fortement cisailée vers la région à faible taux de cisaillement. (Mc Leish et Ball 1986)**

Ils ont utilisé ce modèle pour analyser l'écoulement de Poiseuille pour des contraintes de cisaillement comprises entre le maximum et le minimum de la zone hachurée de la figure 1.6 . En fonction de la valeur de la contrainte de cisaillement , on a un profil donné de la vitesse d'écoulement. Ce modèle montre que l'écoulement de Poiseuille qui se développe après le saut présente une discontinuité radiale du taux de cisaillement. En effet, près de la paroi le polymère est fortement cisailé (un processus qui est assimilé à un glissement). L'écoulement du centre est moins cisailé et ressemble à un écoulement piston (figure 1.7 ).

Dans son analyse, Larson (1992) montre que si on ajoute un terme newtonien aux modèles de Johnson–Segalman, de Giesekus ou de Phan–Thien–Tanner, on peut prévoir une discontinuité de la courbe d'écoulement et un saut de débit.

Le modèle de Johnson–Segalman, de Giesekus ou de Phan–Thien–Tanner est celui d'oldroyd (B) avec une fonction  $f(\sigma, \dot{\gamma})$ .

$$\lambda \sigma' + \sigma' + f(\sigma, \dot{\gamma}) = 2\eta_o \dot{\gamma} \quad (1.4)$$

$$\sigma' = \frac{\partial \sigma}{\partial t} + V \cdot \nabla \sigma - \nabla V' \cdot \sigma - \sigma \cdot \nabla V$$

$$f(\sigma, \dot{\gamma}) = \exp\left[\frac{\alpha \lambda}{\eta_o} \text{trace}(\sigma)\right] \sigma \quad \text{Phan–Thien–Tanner (1977)}$$

$$f(\sigma, \dot{\gamma}) = \alpha \lambda [\dot{\gamma} \sigma + \sigma \dot{\gamma}] \quad \text{Johnson–Segalman (1977)}$$

$$f(\sigma, \dot{\gamma}) = \frac{\alpha \lambda}{\eta_o} [\sigma \sigma] \quad \text{Giesekus (1966, 1982)}$$

$\lambda$  : temps de relaxation du polymère.

$\eta_o$  : viscosité du polymère à faible taux de cisaillement (plateau newtonien).

Si ces modèles ont le mérite d'expliquer certains aspects des instabilités, ils n'ont pas été capable de décrire l'écoulement oscillatoire et l'effet de certains paramètres géométriques.

### les approches phénoménologiques par l'introduction de la compressibilité et du glissement

Généralement les modèles qui se basent sur une condition de compressibilité ont servi à décrire l'écoulement oscillatoire. Weill, 1978; Moolenars et Koopmans, 1993; Durand, 1993; ont combiné la compressibilité et une loi de comportement pour prédire les oscillations observées dans un rhéomètre à débit imposé. D'autres auteurs (Hatzikiriakos et Dealy, 1993; Georgios et Crochet, 1994) ont basé leurs modèles de simulation sur la

compressibilité et le glissement. Il est important de noter que ces modèles sont développés pour simuler l'écoulement oscillatoire dans un rhéomètre à débit imposé.

Le modèle développé par Durand (1993) comme l'approche de Koopmans et al.(1993) se base sur le formalisme d'oscillateurs de relaxation de Van der Pool.

Avant d'entamer l'analyse du travail de Durand (1993) on fait un résumé sur le système d'équations de van der Pool. Ce système est formé par les équations (1.5) et (1.6) suivantes:

$$\dot{X} = \frac{1}{\delta} (U - F(X)) \quad (1.5)$$

$$U = a - X \quad (1.6)$$

$F(X) = \frac{1}{3}X^3 - X$ ,  $a$ : constante réelle.

$F(X)$  présente un maximum et un minimum. Pour  $\delta$  petit les solutions sont de formes sinusoïdales. On fait un bilan de matière sur l'entrée et la sortie d'un rhéomètre à débit imposé. On considère un fluide peu compressible. Le modèle de compressibilité est le suivant:

$$\rho = \rho_0 \exp(-\beta P),$$

$\rho$  : masse volumique,  $\rho_0$  : masse volumique à pression atmosphérique,  
 $\beta$  : coefficient de compressibilité.

Par analogie au modèle développé par Van der Pool, Durand considère un système semblable composé de deux équations. La première équation est obtenue par un bilan de conservation de la masse et la deuxième est une corrélation de la variation du débit d'écoulement et de la pression. Le système d'équations (1.7) et (1.8) suivantes :

$$\frac{dP}{dt} = \frac{\pi R^3}{4\beta V_{res}} (\dot{\gamma}_{imp} - \dot{\gamma}) \quad (1.7)$$

$$\frac{d\dot{\gamma}}{dt} = \frac{a}{\epsilon} (P - F(\dot{\gamma})) \quad (1.8)$$

$$\dot{\gamma} = \frac{4Q}{\pi R^3} \text{ et } \dot{\gamma}_{imp} = \frac{4Q_{imp}}{\pi R^3}$$

$$\alpha = \frac{\pi R^3}{4\beta(V_{res} - tQ_{imp})} \text{ et } \epsilon : \text{ paramètre d'ajustement}$$

$F(\dot{\gamma})$  est obtenue par une modification de la courbe d'écoulement  $P = F(\dot{\gamma})$ , figure 1.8 . La discontinuité entre la première et la deuxième branche de la courbe d'écoulement est liée par une droite décroissante. La discontinuité correspond à l'écoulement oscillatoire.

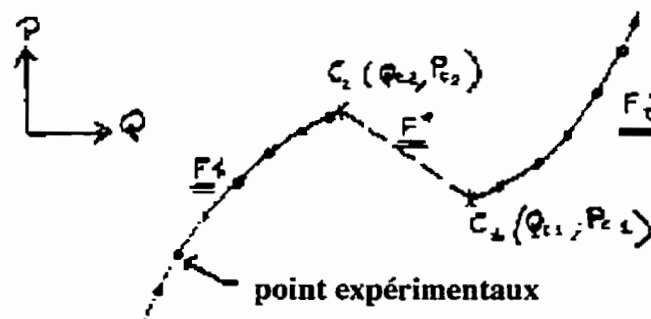


Figure 1.8 : Schéma de la fonction  $F$ . ( Durand 1993).

La première branche est interpolée par un polynôme de degré deux et la deuxième est interpolée par un polynôme de degré trois. On remarque que ce choix donne à la courbe  $P$  versus  $F(\dot{\gamma})$  une allure semblable à la fonction  $(F(X) = \frac{1}{3}X^3 - X)$  utilisée par Van der Pool.

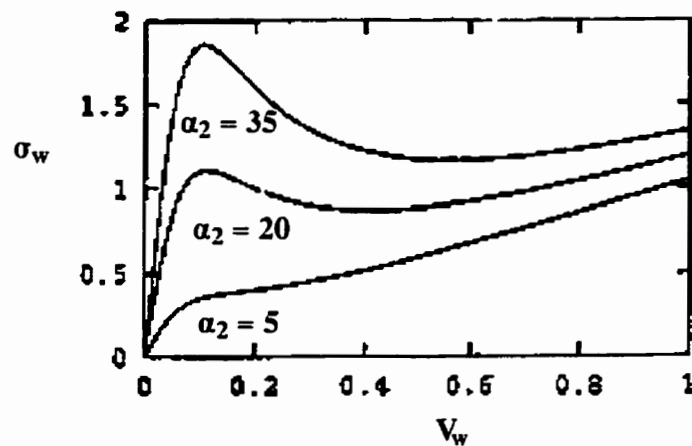
La fonction  $\alpha$  dépend du temps. Dans une première étape l'auteur la considère constante. Ceci signifie que la variation du volume dans le temps est négligeable. Durand résout le système d'équations (1.7) et (1.8) par la méthode de Runge Kutta. Avec un jeu de paramètres, Durand optimise les valeurs de  $\alpha$  et  $\epsilon$ . Dans une seconde étape Durand étudie la variation de  $\alpha$  en fonction du volume pour optimiser le coefficient de compressibilité

$\beta$ . On trouve peu d'information sur le processus d'optimisation des valeurs. Ce modèle descriptif permet de prévoir l'aspect cinématique des oscillations. Il permet aussi de décrire quantitativement les variations de la pression dans le temps. Il permet de simuler la variation de la période des oscillations en fonction du volume du réservoir. Mais, il ne prévoit pas les effets moléculaires et de la température sur la courbe d'écoulement.

Georgios et Crochet (1994) ont inclut une loi de glissement dans leur simulation de l'écoulement compressible d'un fluide newtonien. Dans le but de générer les oscillations, ils ont relié la vitesse de glissement à la contrainte de cisaillement à la paroi par une fonction empirique ( corrélation (1.9) ).

$$\sigma_w = \alpha_1 \left( 1 + \frac{\alpha_2}{1 + \alpha_3 V_w^2} \right) V_w \quad (1.9)$$

La courbe de la contrainte de cisaillement à la paroi versus la vitesse de glissement est non monotone ( figure 1.9 ).



**Figure 1.9 : Courbes typiques de la loi de glissement pour des valeurs arbitraires de  $\alpha_2$ ,  $\alpha_1=1$ ,  $\alpha_3=100$ , (Georgios et Crochet. 1994)**

La loi de glissement exprimée par la corrélation (1.9) est non cohérent avec l'expérience parce que la vitesse de glissement calculée à partir de l'expérience est généralement corrélée à la contrainte de cisaillement par une loi exponentielle.

On juge nécessaire de prononcer quelques remarques sur le travail de Georgios et Crochet (1994) et de Durand (1993). Ces auteurs ont intégré dans leur modèle phénoménologique une fonction non monotone qui exprime soit la variation de la contrainte de cisaillement à la paroi versus la vitesse de glissement soit l'évolution de la pression avec le débit. On voit donc que l'utilisation d'une loi non monotone est indispensable à la création des oscillations.

Hatzikiriakos et Dealy (1992), ont modifié la technique de Mooney pour corréler la loi de glissement dans une expression qui tient compte de la température, du poids moléculaire, de l'élasticité de la pression et des paramètres géométriques. Les prédictions de ce modèle qui sont illustrées par la figure 1.10 montrent que près de la sortie de la filière la chute de la vitesse de glissement est accompagnée par une croissance de la contrainte de cisaillement.



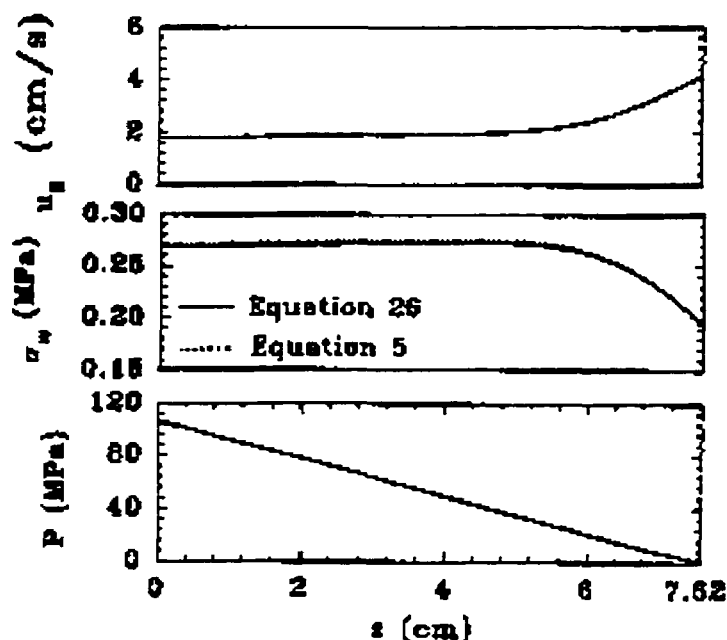


Figure 1.10 : Vitesse de glissement, contrainte de cisaillement à la paroi et pression versus la distance axiale du capillaire. PEHD A à un taux de cisaillement apparent égal à 549 1/s. ( Hatzikiriakos et Dealy.1992)

Dans une seconde étape, ils ont utilisé cette loi de glissement et une de compressibilité pour décrire l'écoulement oscillatoire exhibé par leurs polymères étudiés. Nous avons fait une vérification de leur travail et nous avons trouvé que leur prédiction sont incorrectes (le modèle développé prévoit un glissement supérieur à la vitesse moyenne de l'écoulement, la valeur de pression simulée est inférieure à celle relevée de l'expérience). L'analyse de leurs travaux est rapportée au chapitre 5.

Les modèles dont nous venons parler présentent une faiblesse systématique. Tous ces modèles sont fonctions de l'outil d'extrusion. Les prédictions de ces modèles ne peuvent être validés qu'avec un rhéomètre à débit imposé. Ces modèles sont composés par un système de deux équations. L'équation principale de ce système est celle de la continuité de la matière. La deuxième équation est façonnée soit par une corrélation entre la vitesse

de glissement et la contrainte de cisaillement, soit par une fonction pression versus débit d'écoulement. Cette deuxième équation est indispensable à la génération des oscillations seulement lorsque l'outil d'extrusion s'agit d'un rhéomètre à débit imposé.

Par conséquent les modèles de glissement (Hatzikiriakos et Dealy. 1992, Georgios et Crochet. 1994 ) ou de comportement ( Moolenars et Koopmans, 1993; Durand, 1993 ) ne peuvent pas être utilisés pour simuler l'écoulement oscillatoire dans un rhéomètre à pression imposée.

### 1.2.3 Conclusion

Dans l'étude des instabilités , plusieurs techniques d'analyse et de mesure ont été utilisées et divers mécanismes ont été proposés. Certains résultats d'évaluation expérimentale du glissement, de la compressibilité et de l'effet de certains paramètres géométriques s'avèrent contradictoires et les prédictions des modèles ne sont pas satisfaisantes. Malgré les contradictions observées, certains aspects des instabilités sont bien connus. Les chercheurs sont unanimes à propos de la cause du défaut peau de requin, de l'effet de la température, du débit d'écoulement et de la distribution des masses moléculaires sur les défauts. Pour évaluer la vitesse de glissement, ils se sont généralement basés sur la technique de Mooney. Selon les corrélations formulées dans la littérature, la vitesse de glissement est principalement liée à la contrainte de cisaillement à la paroi par une loi exponentielle croissante. Certains auteurs ont réussi à interpréter à l'aide de la compressibilité l'aspect cinématique de l'écoulement oscillatoire ( variation de la période d'oscillations de la pression en fonction du volume du réservoir ) dans un rhéomètre à débit imposé. Les lois de comportements viscoélastiques incorporées dans ce travail décrivent certains aspects des instabilités. Il apparaît pertinent d'améliorer la performance de ces modèles pour identifier la cause des instabilités. Les modèles viscoélastiques nous

permettent de toucher à la structure du polymère et de proposer par la suite des solutions pratiques au problème.

Certaines ambiguïtés concernant les instabilités demeurent. Nous pouvons les formuler par les questions suivantes:

- Le glissement existe-t-il vraiment?
- Comment peut-on distinguer le glissement d'une fine couche fortement cisailée qui est confinée à la paroi de la filière ?
- Est-ce que la compressibilité joue un rôle important ?
- Comment la compressibilité est-elle liée à la viscoélasticité et le glissement ?
- Chaque type de défaut est-il lié à un mécanisme particulier ?

Dans le cadre de notre propre travail nous nous limitons à étudier l'instabilité de l'écoulement oscillatoire et à quantifier les effets de la compressibilité et du glissement sur les différents types d'instabilités.

## **CHAPITRE 2**

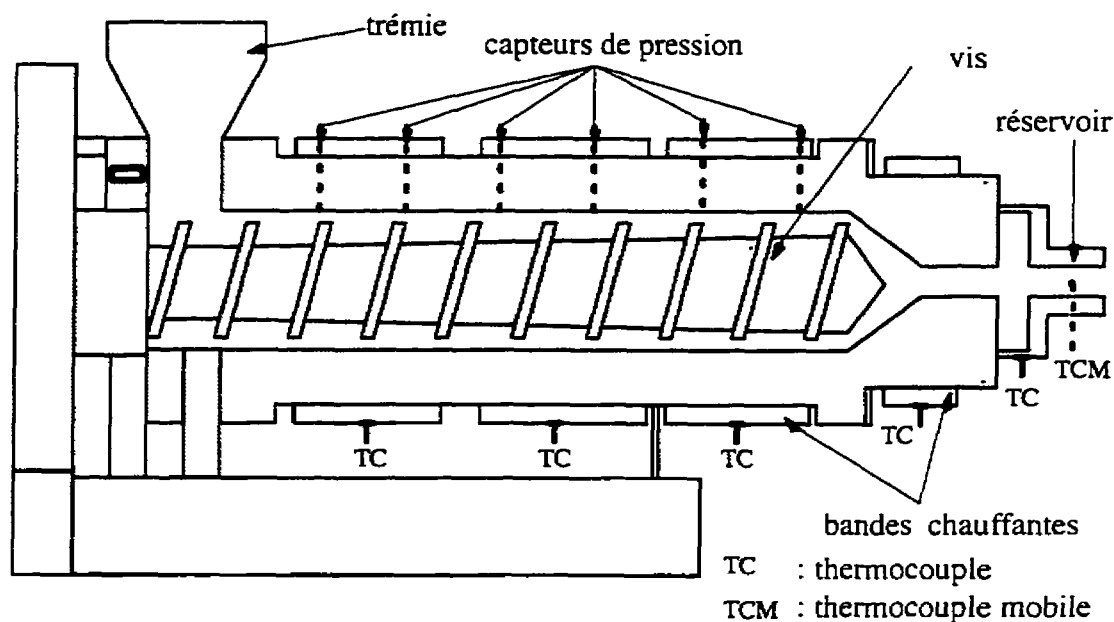
### **DISPOSITIF EXPÉRIMENTAL ET RAPPELS DE QUELQUES PRINCIPES DE FONCTIONNEMENT D'UNE EXTRUDEUSE MONOVIS**

Ce chapitre se décompose en deux parties. Dans la première partie nous présentons les outils d'extrusion et quelques propriétés physico-chimiques des polymères utilisés dans notre étude sur les instabilités d'extrusion. Dans la deuxième partie, nous faisons un bref rappel des principes et des équations de base reliées à l'écoulement du polymère dans une extrudeuse monovis. Dans le rappel, des représentations graphiques sont utilisées pour l'analyse des caractéristiques de la vis extrudeuse.

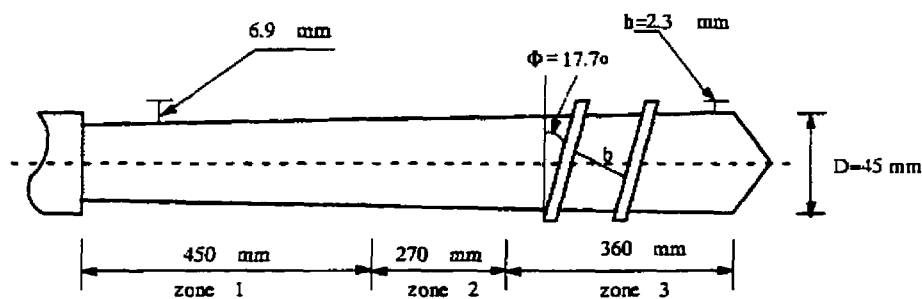
#### **2.1 Dispositif expérimental**

##### **2.1.1 Machine d'extrusion et accessoires**

Dans notre travail de recherche les polymères sont extrudés dans une extrudeuse monovis ( figure 2.1 ) de type " Killion Extruder. Inc.,U.S.A, complètement instrumentée". La vis de l'extrudeuse est conçue pour l'extrusion des polyéthylènes. Elle est de 4.5 cm de diamètre et de rapport  $L/D$  égal à 24. La vis est composée de trois zones: la zone d'alimentation, la zone de compression et la zone de pompage. Les dimensions des trois zones de la vis sont illustrées par la figure 2.2 .



**Figure 2.1 : Schéma d'une extrudeuse monovis**

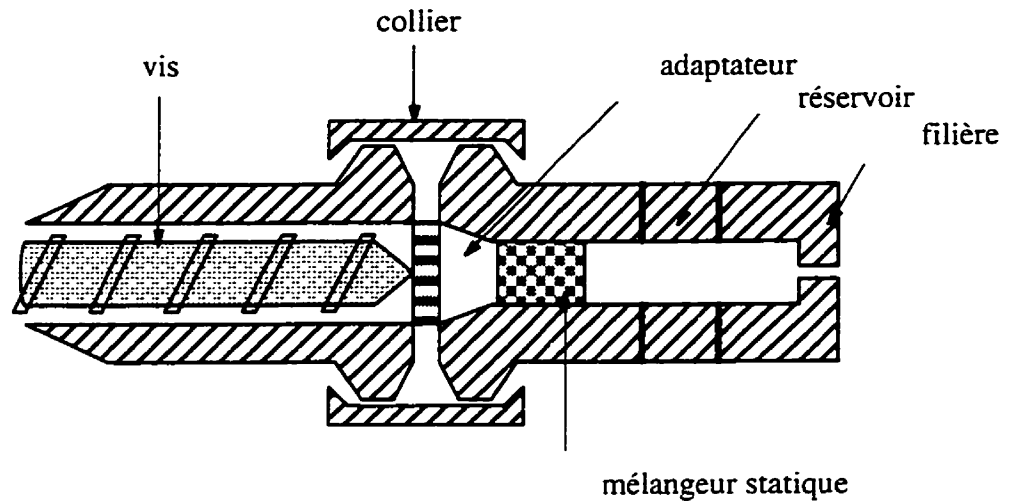


**Figure 2.2 : Schéma de la vis extrudeuse**

Le polymère passe dans l'adaptateur et le réservoir sans restriction majeure. L'entrée conique de l'adaptateur est de diamètre égal à 1 pouce et 3/4. La partie cylindrique de l'adaptateur et celle du réservoir ont chacune un diamètre de 1 pouce. L'extrudeuse est équipée entre autres d'un voltmètre à intégration ( 20 mesures par seconde ) et un autre à

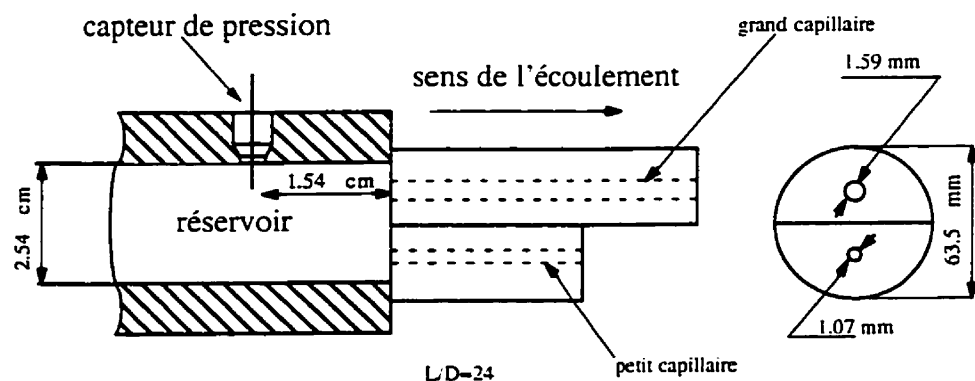
haute fréquence ( 30 000 mesures par seconde ). Dans notre travail, les variations des différentes grandeurs ( pression, température, couple,...) sont détectées par le voltmètre à intégration.

Des thermocouples et des capteurs de pression sont utilisés pour relever la température et la pression respectivement. Ils sont placés sur les différentes zones de la vis, ainsi que sur l'adaptateur, le réservoir et la filière. La température en amont de l'entrée de la filière est mesurée par une sonde thermique à différentes positions radiales de l'écoulement . Les valeurs de la température, de la pression, du RPM ( le nombre de rotations de la vis par minute) et de la puissance du couple exercé sur la vis sont saisis automatiquement par le système d'acquisition de données. Les capteurs de pression appartiennent à la série PT et sont produits par Dynisco. Les thermocouples sont fabriqués par Omega Engineering, Inc. Pour fondre les résines dans l'extrudeuse, les zones de la vis extrudeuse, l'adaptateur, le réservoir et la filière sont chauffés électriquement par des bandes circulaires. Pour favoriser un bon mélange, un mélangeur statique est inséré à l'intérieur de l'adaptateur. A la fin de la vis d'extrusion, on a un adaptateur, un réservoir et une filière. La figure 2.3 est un schéma de la filière, du réservoir et de l'adaptateur.



**Figure 2.3 Attelage de la filière, du réservoir et de l'adaptateur**

Nous avons utilisé dans notre travail d'extrusion, des filières cylindriques de différentes longueurs et diamètres et dont l'angle d'entrée est de 90 degrés. Les filières sont utilisées pour l'analyse de l'écoulement. Une filière à deux capillaires (figure 2.4) est aussi utilisée.



**Figure 2.4 : Schéma de la filière à deux capillaires**

### 2.1.2 Polymères étudiés

Un PEBDL de nom commercial PEBDL 12J1 fourni par Du Pont Canada et deux PEHD ( PEHD 12165 de Dow Canada, PEHD 16A de Du Pont Canada) sont extrudés. Le tableau 2.1 résume quelques-unes de leurs caractéristiques. Les propriétés rhéologiques du PEHD 12165 ne sont pas encore déterminées.

#### Distribution des poids moléculaires

La distribution des poids moléculaires est déterminée par la technique de chromatographie de perméation de gel ( GPC ) avec un détecteur de viscosité. Les distributions des poids moléculaires des PEHD et des PEBDL sont illustrées par les figures.2.5 et 2.6 . D'après les courbes, on note que les polymères ont des distributions moléculaires différentes. Les petits poids moléculaires de ces polymères sont semblables alors que leurs grands poids moléculaires sont différents.



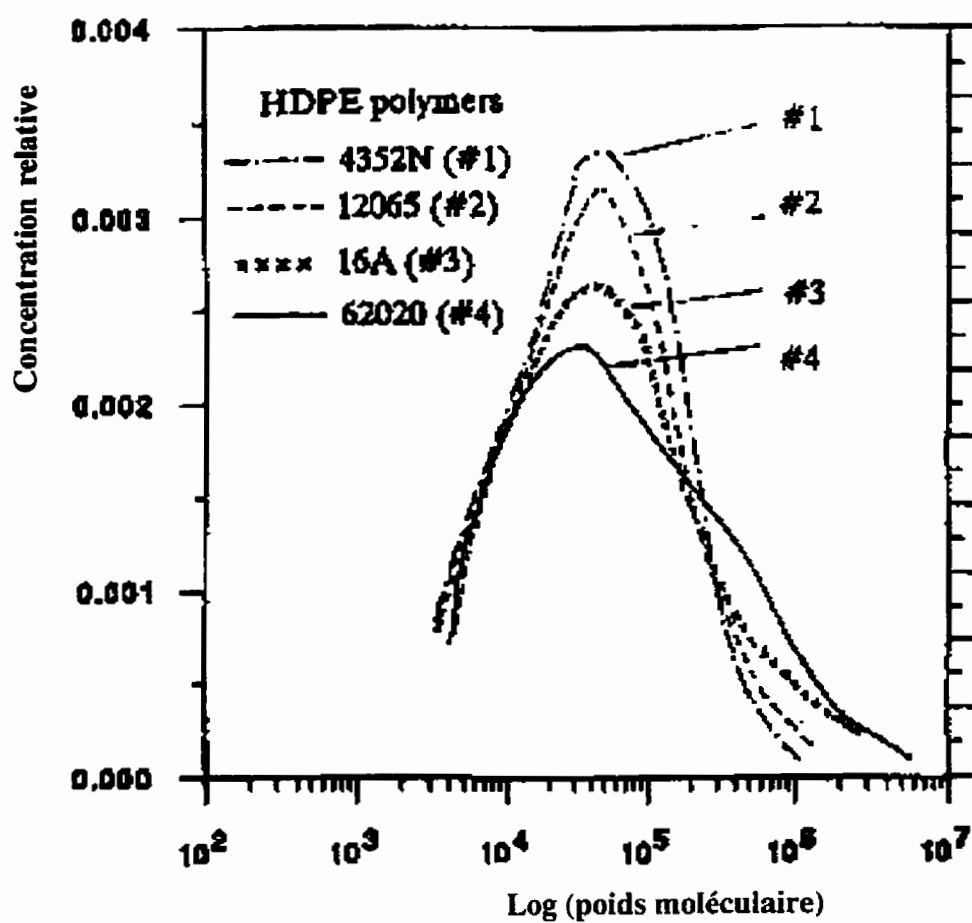


Figure 2.5 : La distribution des poids moléculaires des PEHD.

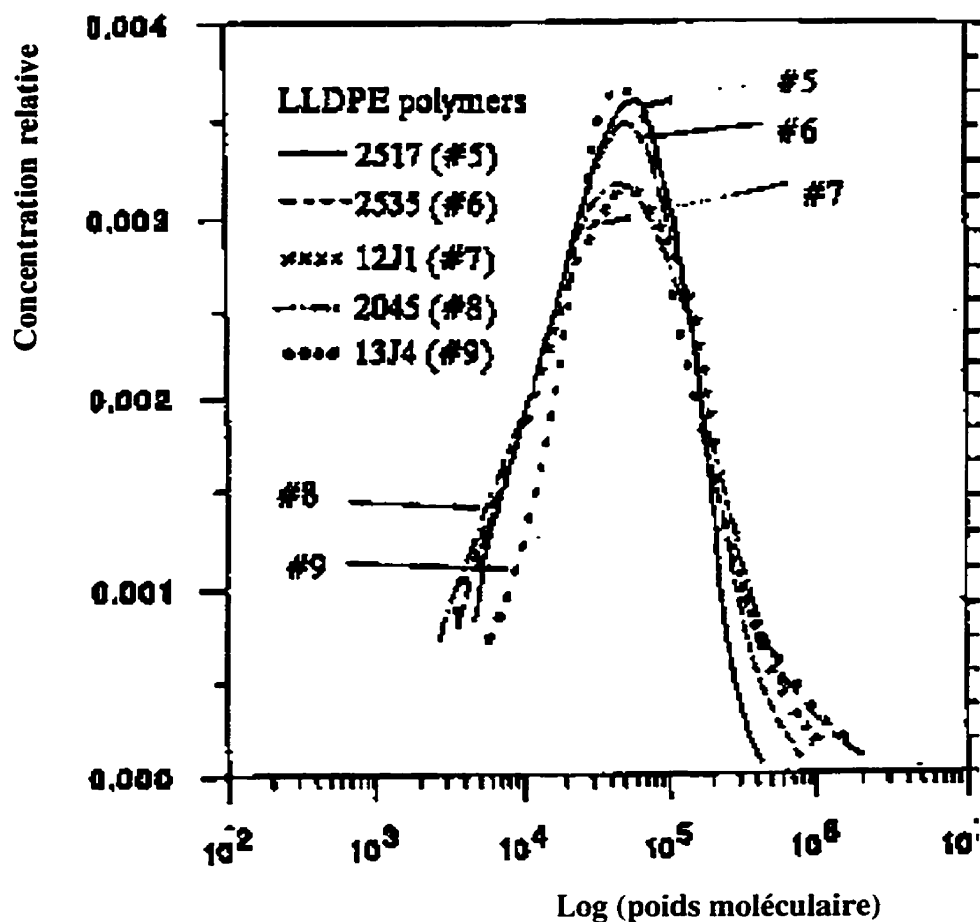


Figure 2.6 : La distribution des poids moléculaires des PEBDL

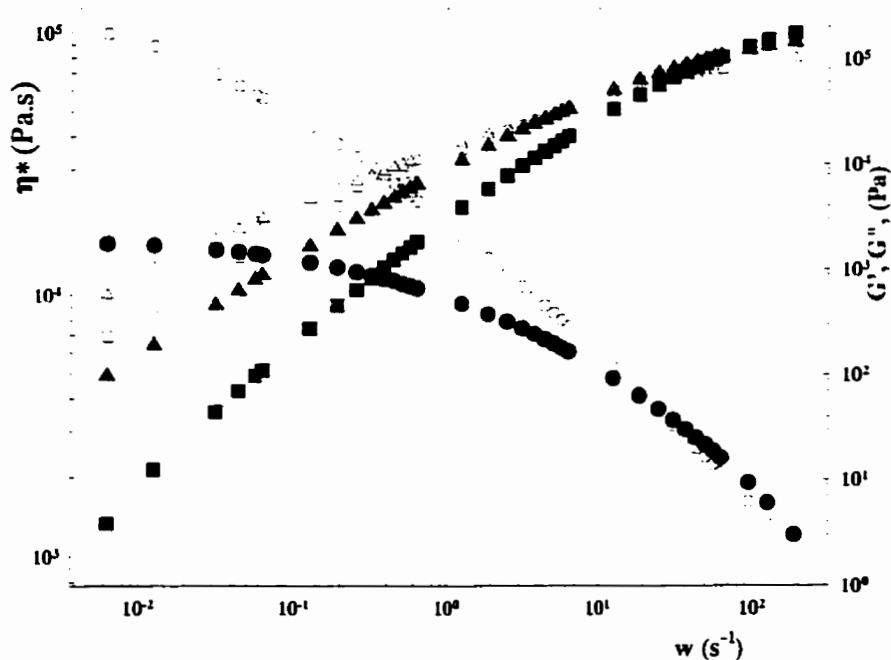
Le tableau suivant contient les poids moléculaires moyens de ces polymères.

Tableau 2.1 : Poids moléculaires moyens des polymères extrudés.

	$M_n$ (kg/mol)	$M_w$ (kg/mol)	$M_z$ (kg/mol)	$M_w / M_n$	melt index (g/s)	densité ( g/cm )
PEHD 12165 Dow Canada	20.80	118.80	2415.00	5.71	0.9	0.96
PEHD 16A DuPontCanada	17.90	140.50	1393.00	7.85	0.25	0.95
PEBDL 12J1 DuPontCanada	17	99.30	327.00	5.84	1	0.92

## Propriétés rhéologiques

Dans le chapitre concernant le glissement, nous aurons besoin des données rhéologiques. Les propriétés rhéologiques de certains polymères étudiés ont été mesurées en régime harmonique. Les mesures sont réalisées dans le domaine des petites déformations. Les propriétés relevées sont le module de stockage ( $G'$ ), le module de perte ( $G''$ ) et le module de la viscosité complexe  $\eta^*$ . Le rhéomètre utilisé est un CSM Bohlin sous atmosphère d'azote. Ce rhéomètre est composé de deux disques concentriques et parallèles. Les disques sont identiques et de 2,5 cm de diamètre. Le jeu séparant les disques est de l'ordre de 1 mm. La température des mesures est 180 °C. La figure 2.7 représente la variation des modules  $G'$ ,  $G''$  et  $\eta^*$  versus la fréquence  $\omega$ .



**Figure 2.7 : Propriétés rhéologiques du PEBDL 12J1 et du PEHD 16A en mesures dynamiques et à une température de 180 °C.**  
**PEBDL 12J1: ●  $\eta^*$ , ■  $G'$ , ▲  $G''$ . PEBDL 16A: ○  $\eta^*$ , □  $G'$ , △  $G''$ ,**

On peut remarquer que pour des fréquences supérieures à 100 1/s, le PEBDL 12J1 exhibe une élasticité semblable à celle du PEHD 12165.

## **2.2 Rappel de quelques principes de fonctionnement de l'extrudeuse**

Nous ne couvrons pas dans cette section tous les principes de fonctionnement de l'extrudeuse. Nous avons sélectionné seulement les principes qui sont liés à l'écoulement et au mode opératoire. Ce rappel nous sera utile dans l'exploitation des résultats de notre étude sur les instabilités et quand nous analyserons l'écoulement instable et la performance de la vis.

### **2.2.1 Établissement de l'écoulement dans l'extrudeuse**

La relation entre le débit, la vitesse de rotation de la vis et la pression à l'intérieur du fourreau est considérée en incluant les influences de la viscosité, les dimensions de la vis et la résistance de la filière. L'extrudeuse a plusieurs fonctions comme la fusion, la compression, le pompage et le mélange. Certaines fonctions sont parfois difficiles à analyser par la théorie ou à contrôler dans la pratique. Généralement le développement des modèles d'écoulement est restreint à la zone de pompage de la vis. La modélisation de l'écoulement du polymère dans cette zone a permis de différencier un écoulement par trainée, un par effet de pression, un transversal et un de fuite. La géométrie de la vis est représentée par la figure 2.2 . La vitesse de rotation de la vis extrudeuse est exprimée en nombre de rotation par minute ( RPM ) et le débit massique (  $\dot{m}$  ) en kilogramme par seconde pour des fins pratiques. La modélisation de l'écoulement dans la zone de pompage est faite en considérant quelques hypothèses. Ces hypothèses sont:

1– régime stationnaire

2– écoulement laminaire et développé

3– la géométrie définie par la racine de la vis, le filet et la paroi du fourreau est approximée par une section rectangulaire.  $h$  ( espace séparant la paroi interne du fourreau et la tête du filet ) est très petit devant le diamètre de la vis (  $h \ll D$  ).

4– les forces de gravité sont négligées

5– la résine ne glisse pas à la paroi du fourreau et de la vis

### 2.2.2 Le débit total de l'écoulement

C'est le débit obtenu à la sortie de la vis. Il est égal à la somme algébrique des trois débits: de trainée, de pression et de fuite.

$$Q_{total} = Q_{trainée} - Q_{pression} - Q_{fuite} \quad (2.1)$$

### 2.2.3 Stratégies opératoires

#### Stabilité du processus d'extrusion

La variation des dimensions de l'extrudat et l'apparence de l'écoulement non stationnaire durant une opération d'extrusion sont principalement dues à des instabilités. On doit distinguer une instabilité qui est associée à la nature du polymère d'une autre qui est causée par un mauvais mélange ou un effet de "surging". Nous rappelons que le "surging" se manifeste par des oscillations de la pression et du débit à la sortie de la filière au cours du temps. S'il arrive que le débit de pompage ( dans la troisième section ) excède le débit de fusion ( dans la deuxième zone ) à cause d'une variation excessive de la température de chauffage ( Tadmor. 1979; Stevens. 1985 ), on peut avoir ' surging '. Par conséquent, le processus répétitif de remplissage et de vidange de la zone de pompage est accompagné par des oscillations de la pression et du débit à la sortie de la filière. Afin d'éviter l'occurrence du "surging", un bon contrôle de la température de chauffage et une

homogénéisation convenable sont maintenus. Nous détaillons dans ce qui suit les considérations faites pour l'alimentation, le chauffage et l'homogénéisation.

Alimentation: Certains critères sur l'alimentation de la résine sont nécessaires pour assurer un bon déroulement de l'opération d'extrusion. Celle-ci peut être non stationnaire à cause d'un blocage de la résine dans la trémie. Un mauvais échappement des gaz existants à l'intérieur du fourreau peut aussi rendre l'opération d'extrusion non stable. Nous présentons ici les solutions pratiques pour extruder dans des bonnes conditions. Certaines de ces solutions sont fournies dans la littérature alors que d'autres ont été développées par notre propre expérience.

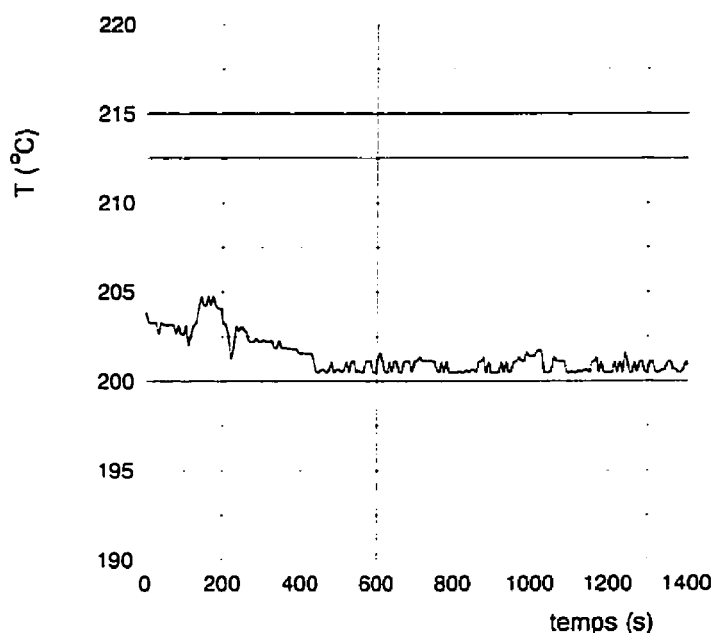
- Les résines utilisées dans l'étude se caractérisent par des tailles homogènes et des formes pastilles afin d'éviter le blocage à l'entrée de la vis.
- De temps en temps, nous agitions doucement la résine contenue dans la trémie pour empêcher le blocage.

#### Le profil de température de chauffage dans le fourreau, l'adaptateur, le réservoir et la filière

La stratégie concerne le choix des températures de chauffage dans les trois zones de la vis extrudeuse et les parties annexes. Il est difficile de trouver des règles précises dans la littérature sur ce sujet parce que la variation de la température dans le fourreau dépend de la nature du polymère, de la vis extrudeuse, du débit d'extrusion désiré. Mais, il existe certaines précautions dont il faut tenir compte pour mener à bien l'opération d'extrusion. Nous avons fixé la température de consigne de la première zone à une valeur de quelques dizaines de degrés celsius supérieures à celle qui correspond à la température de fusion du polymère. Ce choix nous permet:

- d'éviter le glissement de la résine dans la première zone
- de retarder le processus de fusion de la résine
- de minimiser la quantité d'air entraînée par la résine

– de minimiser ou même éliminer les grandes variations de la température dans le temps. La température de la deuxième zone ( zone de compression ) est fixée à une valeur supérieure à celle de la première zone de dix à quinze degrés celsius. La troisième zone ainsi que l'adaptateur, le réservoir et la filière sont chauffés à une température supérieure à celle de la deuxième de quinze à vingt degrés celsius. La température du polymère fondu est relevé dans le réservoir par le thermocouple mobile. La figure 2.8 est un exemple d'enregistrement de la température du polymère fondu. Cet exemple est caractéristique des opérations d'extrusion.



**figure 2.8 : La température du PEHD 12165 durant le processus d'extrusion au milieu de l'écoulement et près de l'entrée de la filière.**

### Homogénéisation

L'homogénéisation dans une extrudeuse monovis est associée aux mécanismes du transport de la matière et de l'énergie. La résine dans le fourreau est mélangée grâce au mouvement hélicoïdal de la vis et au chauffage extérieur. Une homogénéisation parfaite

est parfois difficile à réaliser. En effet un certain degré de non-homogénéité de la matière fondue peut avoir lieu pendant l'opération d'extrusion. Dans le but d'améliorer les conditions d'homogénéisation, nous avons utilisé un mélangeur statique. Le mélangeur statique contribue à l'homogénéisation du polymère fondu et fait croître la pression dans le fourreau. Quand la pression dans le fourreau croît, le débit par effet pression augmente et le mélange est amélioré.

### Méthodologie de mesure

Un étalonnage des capteurs de pression et de la vitesse de rotation de la vis extrudeuse a été réalisé. Chaque capteur de pression est étalonné par un appareil de cadran type gauge bourdon sur une marge de valeurs allant de 0 à 8000 psi. Les températures de l'écoulement à l'entrée de la filière et sur la paroi de la filière, du réservoir, de l'adaptateur et des différentes zones de la vis sont saisies par le système d'acquisition de données avec un taux d'une mesure par deux secondes. Les pressions à l'entrée de la filière, dans l'adaptateur, au bout et dans différents points de la vis sont saisies à un taux d'une mesure par seconde durant l'écoulement en régime stable. Pendant les oscillations le taux d'acquisition est augmenté à 15 mesures par seconde pour des fins de traitement et de calcul. Nous avons évité de travailler avec un taux plus grand que 15 mesures par seconde pour ne pas avoir un problème de lecture des fichiers sauvés. La valeur du couple exercé sur la vis ainsi que le nombre de rotations par minute (RPM) de la vis sont également saisis à une mesure par seconde. Pour déterminer le débit massique, des masses de la résine extrudée sont recueillies dans le temps. Avant de commencer la collecte, nous fixons le RPM et nous attendons que les niveaux des pressions se stabilisent. Les essais sont refaits au minimum deux fois afin de contrôler les erreurs de précision.



## 2.3 Conclusion

Nous avons donné une grande importance aux conditions opératoires pour que notre étude des instabilités soit bien contrôlée. Nous savons que les différentes catégories d'instabilités ( irrégularités de surface, distorsions de volume et écoulement oscillatoire ) dépendent des conditions opératoires. Une opération d'extrusion qui n'est pas bien préparée peut nous empêcher de dégager les caractéristiques des instabilités d'extrusion. Cependant, afin d'assurer des conditions d'extrusion convenables nous avons bien respecté les critères du chauffage, de l'homogénéisation, d'alimentation et des mesures des paramètres.

## **CHAPITRE 3**

# **ÉTUDE EXPÉRIMENTALE DE L'INSTABILITÉ DE L'ÉCOULEMENT OSCILLATOIRE**

### **3.1 Introduction**

Ce chapitre concerne la partie expérimentale de notre étude sur l'instabilité de l'écoulement oscillatoire "stick-slip". Nous décrivons une expérience d'extrusion avec les PEHD ( tableau 2.1 ) présentant un écoulement oscillatoire. Plus précisément, nous décrivons la variation de la pression dans le temps et les aspects morphologiques observés. Nous présentons aussi la courbe d'écoulement et nous étudions l'effet du glissement sur les instabilités. Le glissement est analysé à l'aide de la filière à deux capillaires. Les résultats expérimentaux obtenus avec la filière à deux capillaires serviront à estimer la vitesse de glissement. Les courbes caractéristiques de la vis extrudeuse pour les PEHD utilisés ( tableau 2.1 ) sont aussi interprétées. Nous finissons l'approche par une étude de l'influence des paramètres de contrôle sur les oscillations.

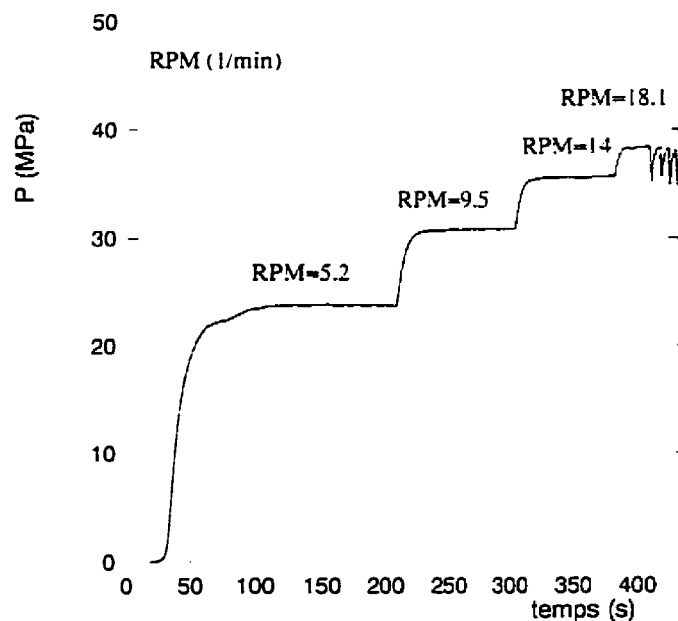
### **3.2 L'écoulement oscillatoire dans une extrudeuse monovis**

La courbe d'écoulement lors de l'instabilité suit un cycle d'hystérésis entre deux zones d'écoulement stable. Les évolutions morphologiques de l'extrudat sont en phase avec les oscillations de pression enregistrées.

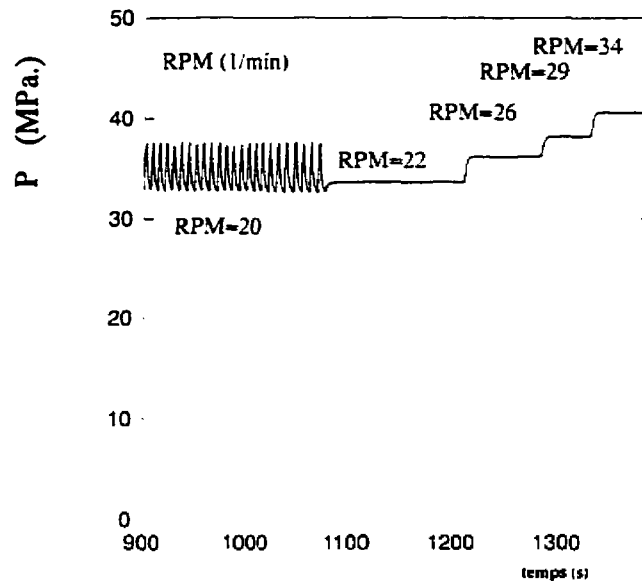
#### **3.2.1 Variations de la pression dans le temps**

Nous nous intéressons plus particulièrement dans notre étude à la pression qui est un paramètre clé dans l'analyse de l'écoulement oscillatoire. Évidemment, la pression est du point de vue technique facile à enregistrer et elle est généralement introduite dans la

caractérisation de l'écoulement oscillatoire. On peut saisir l'importance de la pression si on la compare par exemple au débit. Bien que les instabilités soient fonctions de l'outil d'extrusion, nous nous contentons, par la suite, de décrire le déroulement d'une des expériences réalisées sur l'extrudeuse. Sur l'extrudeuse utilisée dans notre travail, nous avons capté la pression en différentes positions ( le fourreau, l'adaptateur, le réservoir ). Néanmoins, nous ne nous intéresserons pas à toutes les pressions enregistrées. Nous considérons ici seulement la pression relevée dans le réservoir et nous aborderons les autres pressions dans le chapitre consacré à la compressibilité. On distingue trois zones d'écoulement. La première zone précède la zone des oscillations. La deuxième zone correspond à l'écoulement oscillatoire. La troisième zone succède à la zone d'oscillations. Nous décrivons l'évolution de la pression dans le temps quand une rampe croissante de RPM est imposée. Les figures 3.1 et 3.2 représentent la variation de la pression dans le temps.



**Figure 3.1 : Pression versus temps en zone 1. PEHD 12165,  $T=206^{\circ}\text{C}$ ,  $L/D=24$ ,  $D=1.6\text{ mm}$**



**Figure 3.2 : Pression versus temps en zone 3, PEHD 12165,  $T=206\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $L/D=24$ ,  $D=1.6\text{ mm}$**

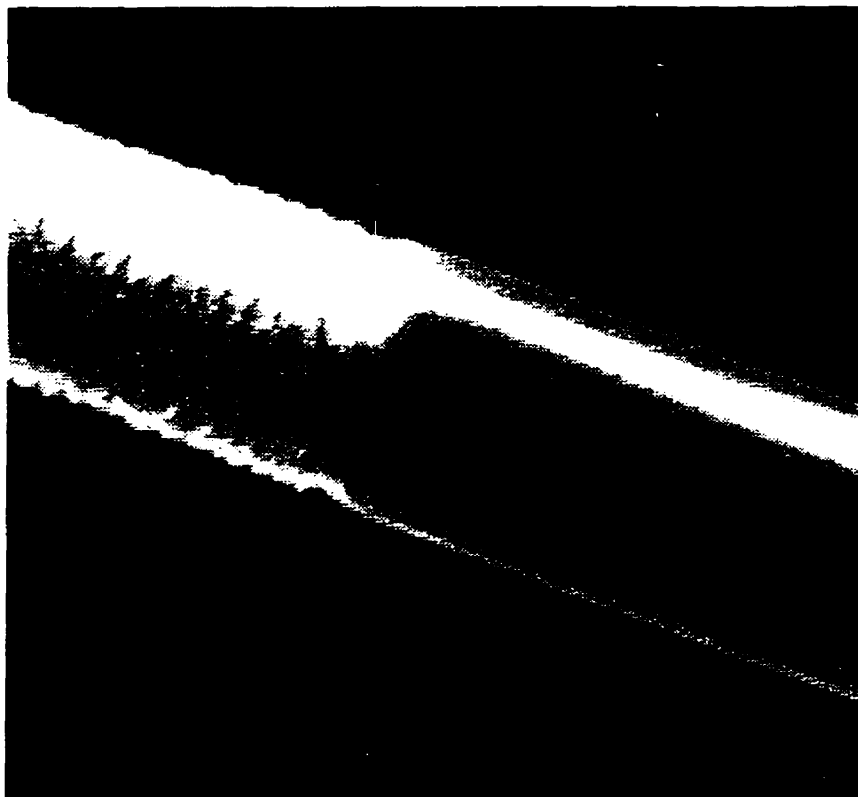
La pression croît et atteint un plateau d'équilibre lorsque le RPM augmente. Le débit à la sortie est stable. Les défauts des PEHD extrudés qui apparaissent d'abord sur la surface de l'extrudat sont de type peau de requin. Les irrégularités deviennent de plus en plus observables quand le RPM croît. L'écoulement oscillatoire survient seulement dans une plage restreinte. L'écoulement oscillatoire dépend du RPM. Par exemple à la valeur initiale du RPM ( la borne inférieure ), la pression oscille dans une courte période de temps et atteint après un palier d'équilibre. En augmentant légèrement le RPM, l'écoulement oscillatoire est de nouveau observé. Les oscillations deviennent alors permanentes. Dans la majorité des cas, les premières oscillations de la pression (3 à 4 oscillations) sont de formes différentes de celles qui leur succèdent. Cette observation est aussi rapportée par d'autres auteurs ( Bagley et al. , 1956; Uhland, 1979; Durand , 1993) qui ont utilisé des rhéomètres capillaires à débit imposé. Pendant les oscillations, les défauts alternent entre deux formes: une forme à faibles irrégularités et une autre lisse. Au delà de la marge des

RPM déclenchant l'écoulement oscillatoire, la pression se stabilise à un niveau plus bas, après la période des oscillations, correspondant à la limite inférieure des valeurs observées en oscillations. Ensuite, pour chaque nouvelle valeur de RPM, la pression atteint un nouveau plateau d'équilibre. Au début de la zone 3 (figure 3.2), l'extrudat de PEHD 12165 est lisse et ondulé pour le PEHD 16A. Cette même zone d'écoulement, les défauts deviennent chaotiques pour des valeurs élevées de RPM. Face aux limites techniques, nous n'avons pas extrudé à des RPM plus grands pour voir si on a vraiment une seconde zone d'oscillations. Les oscillations à des vitesses de cisaillement plus élevées sont rapportées dans la littérature (Li et al. 1986; Becker et al. 1991).

### 3.2.2 Aspects morphologiques

Dans cette section, nous nous limitons dans notre description aux défauts observés durant l'écoulement oscillatoire. Notre moyen de description est l'observation visuelle. L'extrudat de l'écoulement oscillatoire présente une séquence morphologique périodique qui est synchronisée avec les oscillations de la pression. La séquence morphologique durant les montées de la pression est semblable à celle observée à la fin de la première zone. Quand il s'agit des descentes de la pression, la morphologie est la même que celle obtenue au commencement de la troisième zone, à savoir l'extrudat fondu à la sortie de la filière est translucide. Durant les montées de la pression, l'extrudat est de couleur blanche et opaque et il a le défaut type peau de requin. On observe un brusque changement de couleur et de qualité de surface pendant les descentes de la pression. En effet, l'extrudat est lisse, translucide à chaud pour le PEHD 12165 et de forme ondulée pour le PEHD 16A. On retrouve dans la littérature des descriptions semblables rapportées par plusieurs auteurs (Lupton et Regester, 1965; Ramamurthy, 1986; Hatzikiriakos et Dealy, 1992). Kalika et Denn (1987) ont extrudé un PEBDL et ils ont rapporté que la forme lisse et translucide apparaît durant la montée de la pression. En effet, chaque polymère se caractérise par son

propre défaut. Carreau (1995) associe l'apparition de la couleur blanche au mécanisme de la cristallinité induite par cisaillement élevé lorsque le polymère adhère à la paroi de la filière. Un autre aspect de séquence de la morphologie du défaut est son évolution avec le RPM. Nous rappelons que l'écoulement oscillatoire apparaît seulement dans une plage limitée de RPM. La période caractéristique des défauts correspondant à la montée de la pression diminue avec le RPM. Par contre, la longueur du défaut correspondant à la descente augmente avec le RPM tel qu'observé par Hatzikiriakos et Dealy (1992) et Durand (1993). À froid, l'extrudat obtenu durant la montée de la pression montre un gonflement plus grand que celui obtenu durant la descente. La figure 3.3 illustre des photographies de la morphologie obtenue pendant la montée ( à gauche ) et la descente (à droite ) pour le PEHD 12165 dans une filière dont le rapport  $L/D$  est égal à 24 et dont le diamètre est égal à 1.6 mm. Ces photographies ont été obtenues à l'aide d'une caméra vidéo, de l'extrudat chaud dès la sortie de la filière. On note que le diamètre de l'extrudat est essentiellement le même pour les deux zones. Toutefois, la vitesse de l'extrudat telle que déterminée par la mesure du débit est plus grande pour la zone de chute de pression ( la vitesse de l'extrudat durant la descente de pression est deux fois supérieures à celle associée à la montée de la pression dépendamment des conditions opératoires et de la nature du polymère, voir section 3.4 ).



**Figure 3.3 : Aspect morphologique du PEHD 12165 durant les oscillations à une température de 206 °C**

Nous avons aussi étudié l'influence de la température sur les oscillations. La température influence les oscillations et la qualité de l'extrudat. L'amplitude des oscillations décroît avec l'augmentation de la température, les oscillations n'ont pas des périodes et des formes semblables. La séquence morphologique opaque-translucide devient irrégulière sous l'effet de la température. On peut voir sur la figure 3.4 le défaut type peau de requin associé à la montée de la pression.

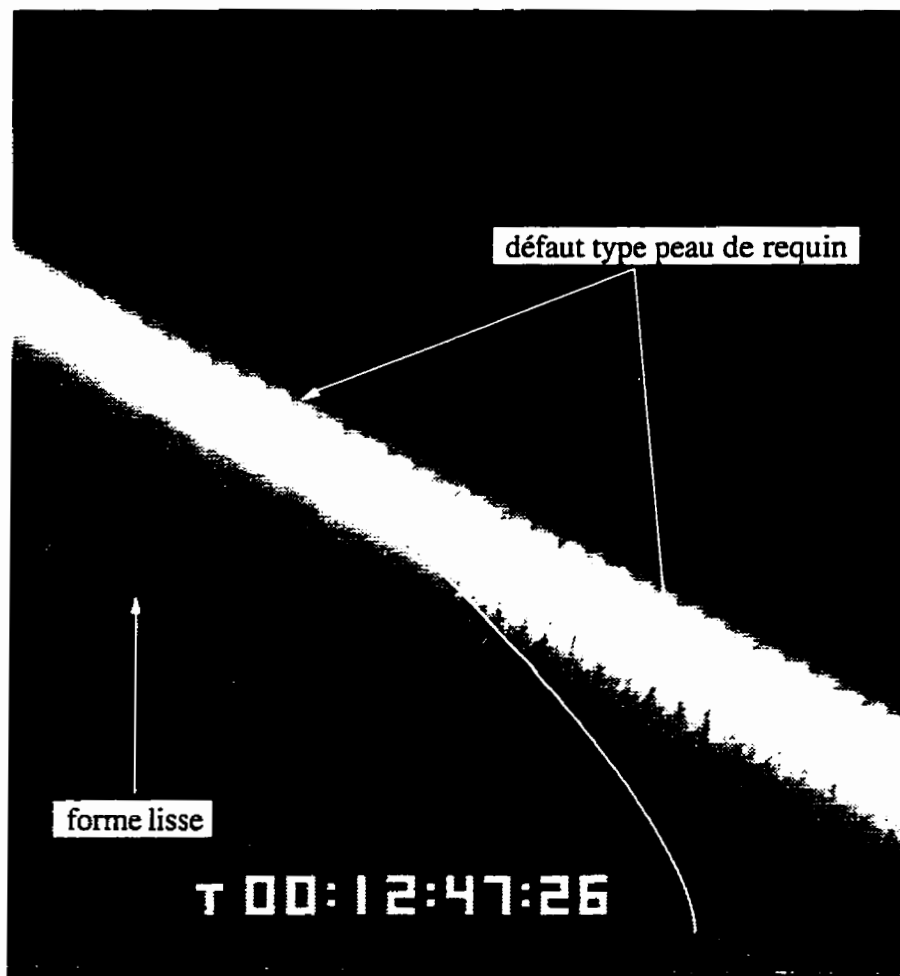


Figure 3.4 : Aspect morphologique du PEHD 12165 durant les oscillations et à une température de 222 °C

### 3.2.3 La courbe d'écoulement

On obtient cette courbe en traçant la contrainte de cisaillement apparente ( $\sigma_{ap}$ ) en fonction du taux de cisaillement apparent ( $\dot{\gamma}_{ap}$ ) pour chacun des deux capillaires. Les deux grandeurs ( $\dot{\gamma}_{ap}$ ) et ( $\sigma_{ap}$ ) sont données par ces relations:

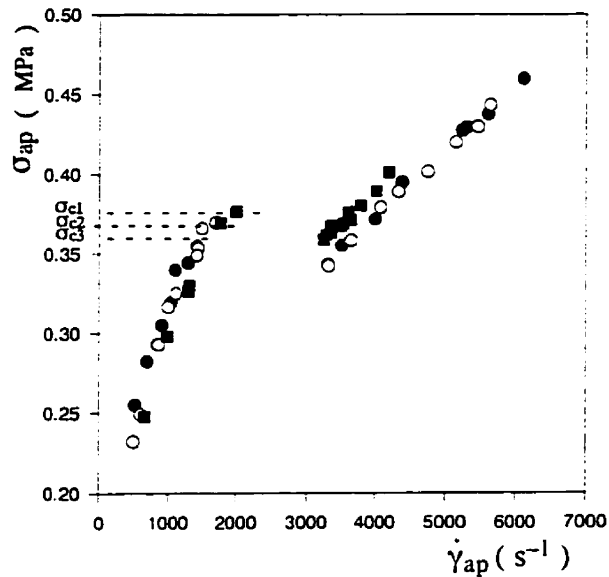
$$\sigma_{ap} = \frac{P_{res}}{4 \frac{L}{D}}, \quad \dot{\gamma}_{ap} = \frac{32\dot{m}}{\pi \rho D^3} \quad (3.1)$$



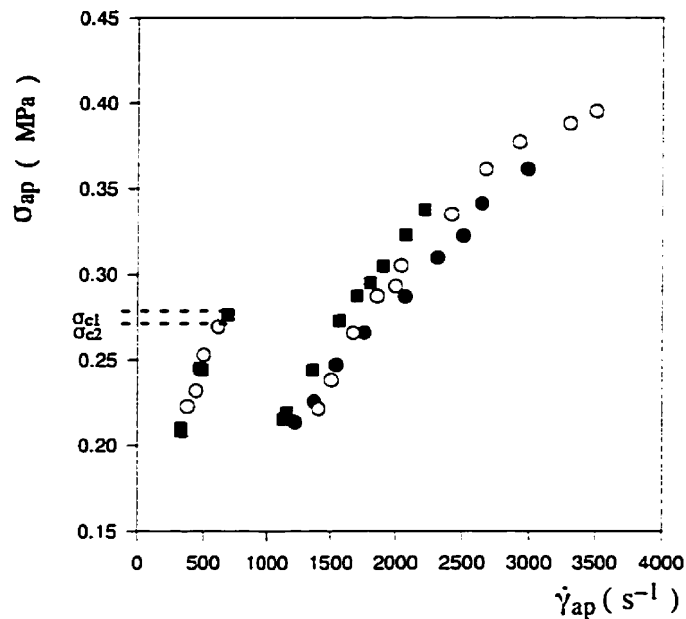
$\dot{\gamma}_{ap}$  est égal au taux de cisaillement à la paroi d'un fluide newtonien.

$\dot{m}$ : le débit massique;  $D$ : diamètre du capillaire;  $L$ : longueur du capillaire,  $P_{res}$ : pression dans le réservoir;  $\rho$ : masse volumique à la température du polymère fondu.

La courbe d'écoulement pour chacun des deux PEHD extrudés est composée de deux branches. Les deux branches sont séparées par la discontinuité de l'écoulement oscillatoire. Le régime d'écoulement associé à chacune des deux branches est stable. Les figures 3.5 et 3.6 représentent les courbes d'écoulements du PEHD 12165 et du PEHD 16A respectivement pour trois filières cylindriques de diamètres différents. Les figures 3.5 et 3.6 contiennent une indication des contraintes critiques du déclenchement des oscillations. Les contraintes critiques correspondent aux différents diamètres des filières.



**Figure 3.5 : Courbe d'écoulement du PEHD 12165 à 206 °C avec des filières de rapport  $L/D$  égal à 24. ●  $D=1.3$  mm, ○  $D=1.6$  mm, ■  $D=2$  mm.**



**Figure 3.6 : Courbe d'écoulement du PEHD 16A à 206 °C avec des filières de rapport L/D égal à 24. ● D=1.3 mm, ○ D=1.6 mm, ■ D=2mm.**

Pour les deux polyéthylènes utilisés, la première branche de la courbe d'écoulement (écoulement en zone 1) n'est pas ou peu influencée par la géométrie de la filière. Quant à la deuxième branche (écoulement en zone 3), pour un taux de cisaillement constant, la contrainte apparente croît avec le diamètre. Dans le procédé d'extrusion, le RPM correspondant à l'apparition des oscillations décroît avec la diminution du diamètre de la filière. Nous n'avons pas observé les oscillations du PEHD 16A dans la filière de rapport L/D égal à 24 et de diamètre égal à 1.3 mm et nous avons uniquement obtenu la deuxième branche de la courbe d'écoulement. Avec l'extrudeuse monovis, l'écoulement oscillatoire, sous la température d'extrusion de 206 °C, est déclenché à une contrainte critique apparente ( $\sigma_c$ ) qui dépend de la nature du polymère et du diamètre de la filière (tableau 3.1).

**Tableau 3.1 : La contrainte critique du début des oscillations**

L/D=24	D = 2 mm	D=1.6 mm	D=1.3 mm
$\sigma_c$ (MPa.) du PEHD 12165	0.3754	0.3681	0.3546
$\sigma_c$ (MPa.) du PEHD 16A	0.2752	0.2649	oscillations pas observées

Les contraintes critiques obtenues dans notre étude sont comparables à celles relevées par d'autres auteurs. Nous présentons dans le tableau suivant quelques valeurs de contraintes critiques recueillies dans la littérature.

**Tableau 3.2 : Valeurs des contraintes critiques rapportées dans la littérature sur le début des oscillations**

Auteurs	Polymères utilisés	contrainte critique ( MPa)
X.Wang (1993)	PEHD	0.2 à 0.4 ( apparente )
El Kissi et Piau (1991)	PEBDL, $M_w=143 \cdot 10^3$	0.435 et 0.25 ( corrigée)
Kalika et Denn (1987)	PEBDL, $MFI=1, M_w/M_n=4$	$0.43 \pm 0.04$ ( apparente )
Ramamurthy (1986)	PEHD et PEBDL	0.435 ( apparente)
Utracki et Dumoulin (1984)	PEHD, $M_w=170 \cdot 10^3$ , $M_w=186 \cdot 10^3$ , $M_w=253 \cdot 10^3$	0.2 à 0.3 ( corrigée)

On note que la contrainte critique est peu sensible à la géométrie de la filière et qu'elle dépend plus de la nature du polymère. Nos résultats indiquent que la contrainte critique augmente très peu avec le diamètre. Peut-être la dépendance entre la contrainte critique et le diamètre de la filière n'est-elle qu' apparente. En réalité, nous ne pouvons pas conclure à partir de nos résultats de l'effet exact de la géométrie tant que nous n'avons pas ramené le calcul des contraintes à celles qu'on obtiendrait à la paroi de la filière après

correction des effets d'entrée et de sortie. La variation de la contrainte critique avec la géométrie de la filière est aussi reportée par d'autres auteurs. Les contraintes critiques qui correspondent à l'apparition des oscillations et qui sont rapportées dans les travaux de Hatzikiriakos et Dealy (1992), croissent avec le diamètre de la filière. Kalika et Denn (1987) ont extrudé des PEBDL dans des filières de même diamètre et de différents rapports  $L/D$ . Ils ont noté une nette augmentation de la contrainte critique avec la longueur de la filière. Les résultats classiques de la littérature dégagent l'importance de l'influence de la structure moléculaire sur la valeur de cette contrainte critique. Il est à noter que tous les auteurs ne sont pas d'accord quand aux facteurs influençant la contrainte critique. D'après les travaux de Bagley (1956), la contrainte critique est inversement proportionnelle à la masse moléculaire ( $M_w$ ). Vinogradov et al. (1984) ont étudié l'effet de la polydispersité ( $\frac{M_w}{M_n}$ ) sur la valeur de la contrainte critique. Ils ont observé qu'elle est d'autant plus grande que la polydispersité est élevée. Lin (1985) a extrudé des polyisoprènes et des polystyrènes presque monodisperses et de masses moléculaires ( $M_w$ ) variables. Il a basé son approche de modélisation sur la théorie de Doi et Edwards. Il a noté qu'un bon accord est obtenu entre la théorie et l'expérience. D'après Lin, l'écoulement oscillatoire est un phénomène général pour les polymères linéaires et flexibles. À l'aide de son approche théorique, Lin a exprimé la contrainte critique selon la relation :

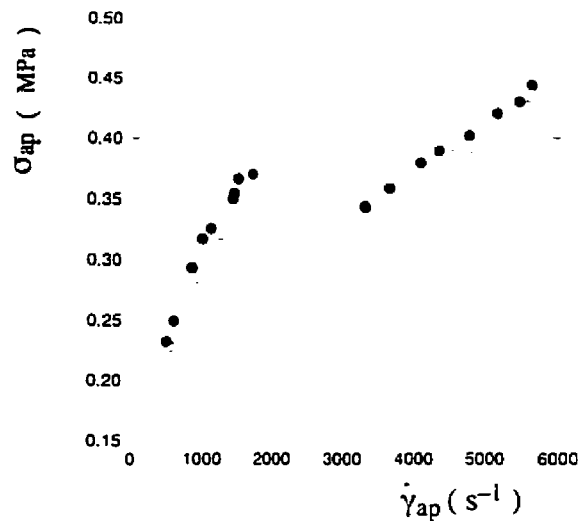
$$\sigma_c = k \frac{M_w^3}{M_e} \left[ 1 - \sqrt{\frac{M_e}{M_w}} \right]^2 \quad (3.2)$$

$M_e$  : masse moléculaire d'enchevêtrement.

Précédemment, nous avons analysé principalement l'effet de la géométrie sur l'écoulement, maintenant, nous allons présenter l'effet de la température.

Une augmentation de la température d'extrusion entraîne une diminution de la viscosité. L'écoulement oscillatoire est déplacé vers les grands taux de cisaillement. La figure 3.7

représente la courbe d'écoulement du PEHD 12165 à deux températures d'extrusion. La courbe d'écoulement demeure non monotone même à température élevée. La discontinuité qui sépare les deux zones stables de l'écoulement décroît avec la température.



**Figure 3.7 : Courbe d'écoulement du PEHD 12165 avec une filière de rapport  $L/D$  égal à 24 et de diamètre égal à 1.6 mm. ○  $T=222$  °C, ●  $T=206$  °C**

Plusieurs auteurs ( Bagley, 1958; Weill 1980; Vinogradov et al. 1984; Hatzikiriakos et Dealy 1980 ) sont d'accord sur le fait que la contrainte critique augmente avec la température.

Nous nous demandons s'il n'existe pas un paramètre important autre que la masse moléculaire, la polydispersité et les propriétés rhéologiques, susceptible de déclencher les oscillations. En effet, nous avons utilisé un PEHD 16A et un PEBDL 12J1 qui sont tous les deux linéaires et qui présentent des propriétés rhéologiques semblables, la structure chimique du PEBDL 12J1 est cependant très différente de celle du PEHD 16A. Or, le PEHD 16A exhibe l'écoulement oscillatoire alors que le PEBDL 12J1 ne l'exhibe pas.

La question qui s'impose est celle de savoir qu'elle est la force motrice derrière les oscillations. La plupart des auteurs sont unanimes sur la présence du glissement en zone 3. D'après Atwood (1983), Vinogradov et al. (1984), Uhland (1984), Atwood et Schowalter (1989) et Wang (1993), le glissement n'apparaît pas dans la première zone d'écoulement. D'autres auteurs ( Ramamurthy, 1986; Kalika et Denn, 1987; Hatzikiriakos et Dealy, 1991 et 1992; Piau et al. 1990 ) ont proposé une loi de glissement dans la première zone et une autre dans la troisième. Par conséquent, les oscillations sont amorcées soit par l'alternance adhérence-glissement " stick-slip", soit par les deux modes de glissement. L'hypothèse de glissement est considérée quand les courbes d'écoulement pression versus débit montrent une dépendance du comportement rhéologique et de la géométrie de la filière. Nous avons étudié le glissement à l'aide de la filière à deux trous au lieu de faire une analyse de l'effet de la géométrie (L, D) de la filière sur la courbe d'écoulement ( $P=f(Q)$ ). Cette étude sur le glissement sera présentée dans la partie suivante.

### 3.3 Mise en évidence du glissement

Nous commençons notre étude par un complément bibliographique sur le glissement. Dans notre travail, nous avons admis la présence de glissement dans l'écoulement de plusieurs polymères. Nous nous intéressons, aussi bien à des polymères présentant un écoulement oscillatoire qu'à ceux n'ayant pas de tels écoulements. La partie expérimentale concerne l'étude du glissement dans l'écoulement du PEHD 12165 et du PEBDL 12J1. Le glissement est identifié à l'aide des courbes d'écoulement obtenues dans la filière à deux capillaires de même rapport L/D. Nous complétons cette partie par une estimation de la vitesse du glissement. L'estimation est basée sur une résolution de l'équation de mouvement pour l'écoulement du polymère dans la filière à deux capillaires.

### 3.3.1 Complément bibliographique

Benbow et Lamb (1963), Tordella (1963), Bartos et Holomek (1971), Vinogradov et al. (1980) et El Kissi et Piau (1990) se sont intéressés à la mise en évidence physique du glissement durant l'apparition des défauts. Les techniques d'investigation employées par ces auteurs sont diverses. Nous n'allons pas détailler les travaux utilisant des techniques instrumentées de mesure directe du glissement. Cependant, nous allons présenter les techniques de mesure indirecte du glissement et qui sont basées sur une interprétation des courbes d'écoulement.

La technique de Mooney (1931) est une technique générale de calcul de la vitesse de glissement. Elle est parfois utilisée sans tenir compte de la nature du défaut. En ce qui concerne les instabilités d'extrusion, plusieurs auteurs ont basé leurs calculs du glissement sur cette technique. Le calcul de la vitesse de glissement se fait de la manière suivante: utiliser une intégration par partie pour déterminer l'expression du débit d'écoulement dans une géométrie donnée. La première composante de l'intégrale est égale au débit par effet unique du cisaillement. La deuxième composante est égale au débit de glissement. On obtient donc en termes de taux de cisaillement l'expression suivante:

$$\dot{\gamma}_{up.} = \dot{\gamma}_{cis.} + \frac{8}{D} V_w \cdot \sigma = const. \quad (3.3)$$

$\dot{\gamma}_{cis.}$  : taux de cisaillement sans glissement et  $V_w$  : vitesse de glissement

L'expression ci-avant s'obtient avec l'hypothèse que les effets d'entrée et de sortie sont négligeables. Mooney a considéré que la vitesse de glissement est une fonction unique de la contrainte de cisaillement à la paroi.

Ramamurthy (1986) a interprété le changement de pente observé sur la courbe d'écoulement par un effet de glissement. Le début de changement de pente, atteint à une contrainte apparente égale à 0.14 MPa pour un PEHD, est synchronisé avec l'apparition du défaut type peau de requin de la première catégorie. Le deuxième changement de pente,

atteint pour une contrainte apparente de l'ordre 0.42 MPa., est associé au déclenchement des grosses fractures. Ramamurthy a utilisé la technique de Mooney pour estimer la vitesse de glissement d'un PEBDL. La loi de glissement trouvée par Ramamurthy en terme de contrainte de cisaillement apparente ou en terme de contrainte de cisaillement à la paroi est une loi de puissance. Lorsqu'on analyse les résultats présentés par Ramamurthy, on obtient pour les faibles contraintes de cisaillement, des vitesses de glissement négatives, ce qui évidemment est fort peu probable. Kalika et Denn (1987) ont supposé qu'en dessous d'une contrainte de cisaillement apparente de l'ordre de 0.257 MPa, une condition d'adhérence parfaite du polymère à la paroi est obtenue. Ceci a permis à ces auteurs de déterminer les paramètres de la loi de comportement selon une loi de puissance. Ils ont supposé par la suite que l'indice de fluidité n'est pas affecté par le taux de cisaillement. Ils ont fait le calcul de la vitesse de glissement pour des contraintes de cisaillement supérieures à 0.257 MPa. Ils ont ensuite substitué la composante de vitesse due uniquement au cisaillement à la composante apparente pour calculer les vitesses de glissement. L'expression de calcul est la suivante:

$$\frac{8}{D}V = \frac{8}{D}V_w + \frac{4n}{3n+1} \left( \frac{\sigma_{wp}}{m} \right)^{\frac{1}{n}} \quad (3.4)$$

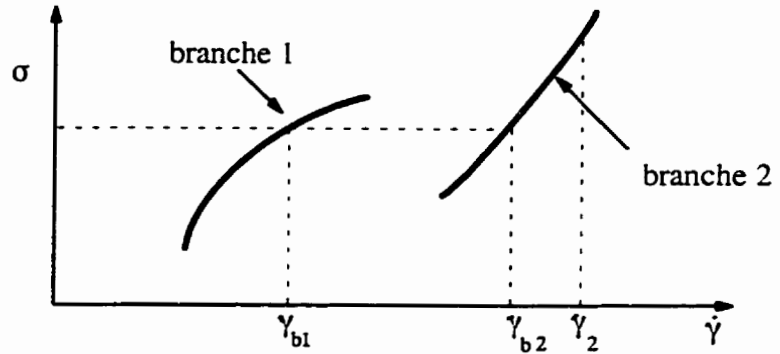
$\sigma_{wp}$ : contrainte de cisaillement à la paroi obtenue après correction de la viscosité par la pression.

Kalika et Denn ont interprété la dépendance de leurs vitesses de glissement vis à vis la géométrie de la filière par un effet d'entrée puisque dans leur procédure de calcul, les corrections d'entrée ne sont pas faites. Piau et El Kissi (1990) ont comparé la technique de Mooney et celle proposée par Kalika et Denn avec un PEBDL. Ils ont rapporté que la technique de Kalika et Denn surestime la vitesse de glissement.

Diverses techniques de calcul de glissement sont appliquées en cas d'instabilité de l'écoulement oscillatoire. D'après El Kissi et Piau (1990), Mourniac (1991), Kalika et



Denn (1987) l'instabilité de l'écoulement oscillatoire est causée par le glissement. Ils ont considéré la première branche de la courbe d'écoulement comme un état de référence sans glissement ( figure 3.8 ).



**Figure 3.8 : Courbe d'écoulement composée par deux branches**

Ces auteurs ont supposé la présence du glissement dans la deuxième branche de la courbe d'écoulement. À une contrainte de cisaillement constante, la vitesse de glissement est égale à la vitesse d'écoulement de la deuxième branche moins la vitesse d'écoulement de la première branche. La vitesse de glissement est calculée par cette relation :

$$\gamma_{b2} - \gamma_{b1} = \frac{8}{D} v_w \cdot \sigma = \text{const.} \quad (3.5)$$

Nous remarquons qu'aux taux de cisaillement appartenant à la deuxième branche (figure 3.8 ), l'écoulement est totalement gouverné par le glissement. Metzger et Hamilton (1964) et Oyanagy (1973) ont extrudé des polyéthylènes avec des cylindres colorés. Ils ont observé que les cylindres sont déformés durant l'écoulement succédant aux oscillations. Ils ont conclu que l'écoulement est instable. Par conséquent, le calcul des contraintes de cisaillement n'est peut-être pas valide. Wang (1993) a obtenu des profils de pression linéaires pour l'écoulement des deux branches. À l'appui du résultat de Wang (1993), nous

pouvons considérer que nos calcul des contraintes sont valides et que l'écoulement est stable.

El Kissi et Piau ( 1990 ) ont fait des corrections de vitesse par la technique de Mooney et par la technique d'état de référence. Les courbes d'écoulement obtenues en terme de taux de cisaillement sans effet de glissement ne sont pas superposables. Par conséquent, l'évaluation de la vitesse de glissement dépend fortement de la méthode utilisée.

Hatzikiriakos et Dealy (1992) ont expliqué l'instabilité de l'écoulement oscillatoire par une superposition de deux lois de glissement. Ils ont modifié la technique de Mooney en ajoutant la condition du rapport  $L/D$  constant. Ils ont utilisé des filières de rapport  $L/D$  constant pour avoir les mêmes effets d'entrée et de sortie. Ils ont développé une loi de glissement qui tient compte des effets thermiques, des effets moléculaires et des effets géométriques. Ils ont corrélié la vitesse de glissement pour la première branche de l'écoulement comme suit:

$$V_w = \xi_0 f_1(T) [1 - c_2 \tan(\frac{E + \frac{c_1 \sigma_n}{\sigma_w}}{R_g T})] (\frac{\sigma_w}{\sigma_{c1} I^{1/4}})^m \quad (3.6)$$

$\xi_0, c_2, c_1, m$  : constantes de la loi de glissement.

$f_1(T)$  : fonction de la température.

$E$  : énergie d'activation du polymère fondu.

$R_g$  : constante des gaz parfaits

$T$  : température

$\sigma_n, \sigma_w, \sigma_{c1}$  : contraintes de cisaillement normal, de cisaillement à la paroi et de cisaillement associé au début de glissement.

$I$  : polydispersité.

Ils ont supposé que l'écoulement de la deuxième branche est accompagné par un échauffement visqueux important. D'après eux, l'échauffement visqueux ne permet pas d'appliquer la technique de Mooney. Ils ont considéré l'écoulement de la deuxième branche de type piston. Ils ont lié la vitesse de glissement à la contrainte de cisaillement à la paroi par une fonction type loi de puissance.

$$V_w = a\sigma_w^m : \text{pour la deuxième branche.}$$

Les deux vitesses de glissement de la première et de la deuxième branche sont fonctions de puissance versus la contrainte de cisaillement à la paroi.

Des incertitudes de mesure et de calcul sont commises lors des évaluations de la vitesse de glissement. Malgré les incertitudes possibles, il semble d'après les résultats rapportés par plusieurs auteurs que l'hypothèse de glissement explique certains aspects des instabilités d'écoulement. Nous remarquons que la majorité des analyses de glissement sont basées sur des interprétations des courbes d'écoulement. Il sera peut-être intéressant d'améliorer les techniques directes de mesure pour comprendre mieux le mécanisme de glissement.

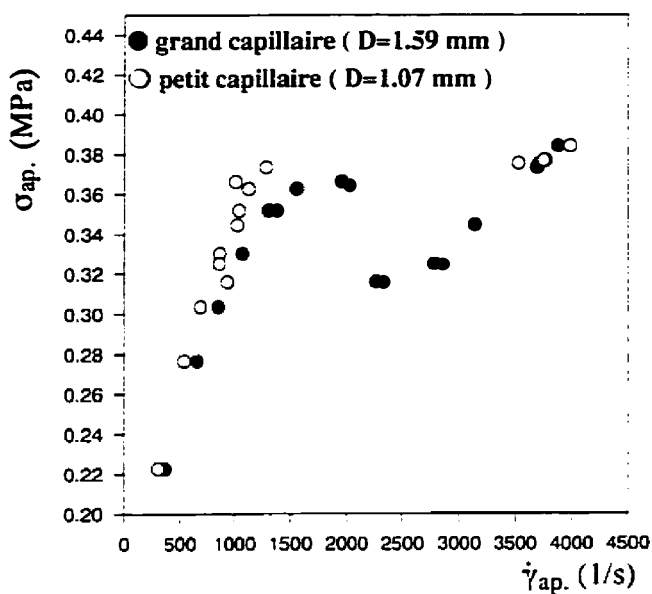
### 3.3.2 Analyse de l'écoulement

Les deux polyéthylènes linéaires PEHD 12165 et le PEBDL 12J1 sont extrudés dans une filière à deux capillaires. Cette filière sert à analyser l'effet du glissement sur les instabilités. La pression appliquée en amont de la filière est la même pour les deux capillaires. Si on suppose que le glissement est absent, que les effets d'entrée et de sortie sont identiques pour le même rapport  $L/D$  et que la température est homogène alors le taux de cisaillement dans le grand capillaire est égal à celui obtenu dans le petit capillaire. Le PEHD 12165 et le PEBDL 12J1 possèdent chacun une courbe spécifique d'écoulement. De plus chacun de ces polymères est caractérisé par son propre défaut. Nous allons décrire les défauts et analyser l'écoulement de ces deux polyéthylènes. Les effets thermique et

d'entrée sont discutés avant de procéder à une analyse de la condition de glissement du polymère à la paroi.

La courbe d'écoulement du PEHD 12165 et du PEHD 16A

Nous n'avons pas extrudé le PEHD 16A dans la filière à deux capillaires parce que la résine était épuisée. Les figures 3.9 et 3.10 présentent la variation de la contrainte de cisaillement apparente ( $\sigma_{ap.}$ ) en fonction des deux taux de cisaillement apparents associés respectivement au grand et au petit capillaire.



**Figure 3.9 : La courbe d'écoulement du PEHD 12165 dans la filière à deux capillaires et sous une température de 196 °C.**

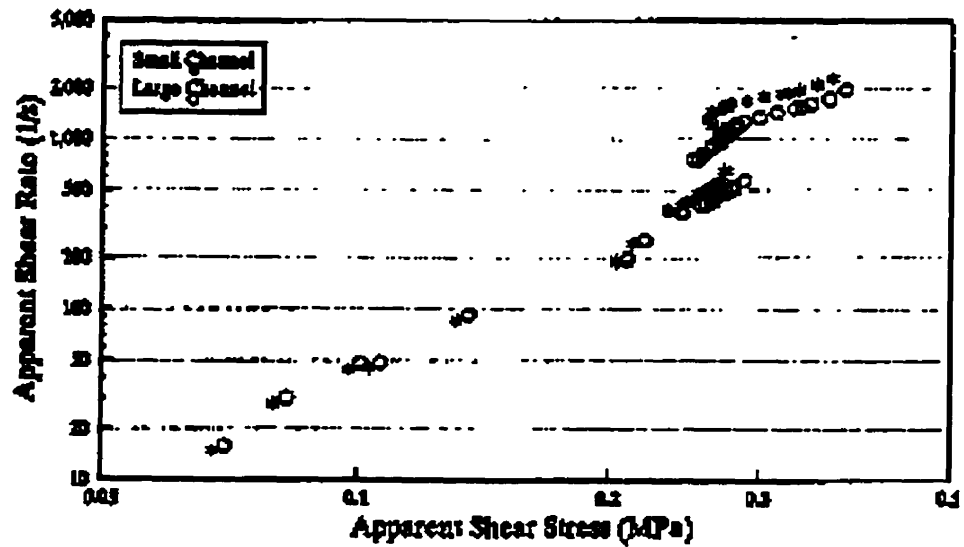
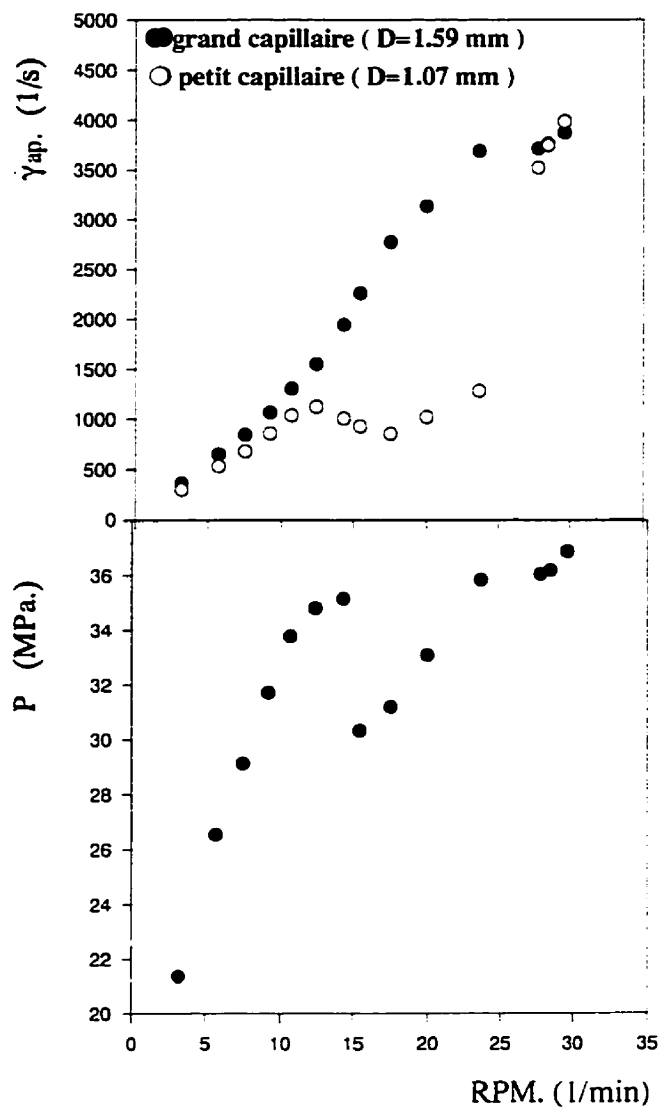


Figure 3.10 :La courbe d'écoulement du PEHD 16A dans la filière à deux capillaires et sous une température de 200 °C. ( Wang, 1993)

Avant l'apparition de l'écoulement oscillatoire les deux taux de cisaillement sont peu différents (figures 3.11 et 3.12 ).



**Figure 3.11 : Taux de cisaillement apparent et pression du PEHD 12165 versus le RPM de la vis extrudeuse.  $T=196$  °C**

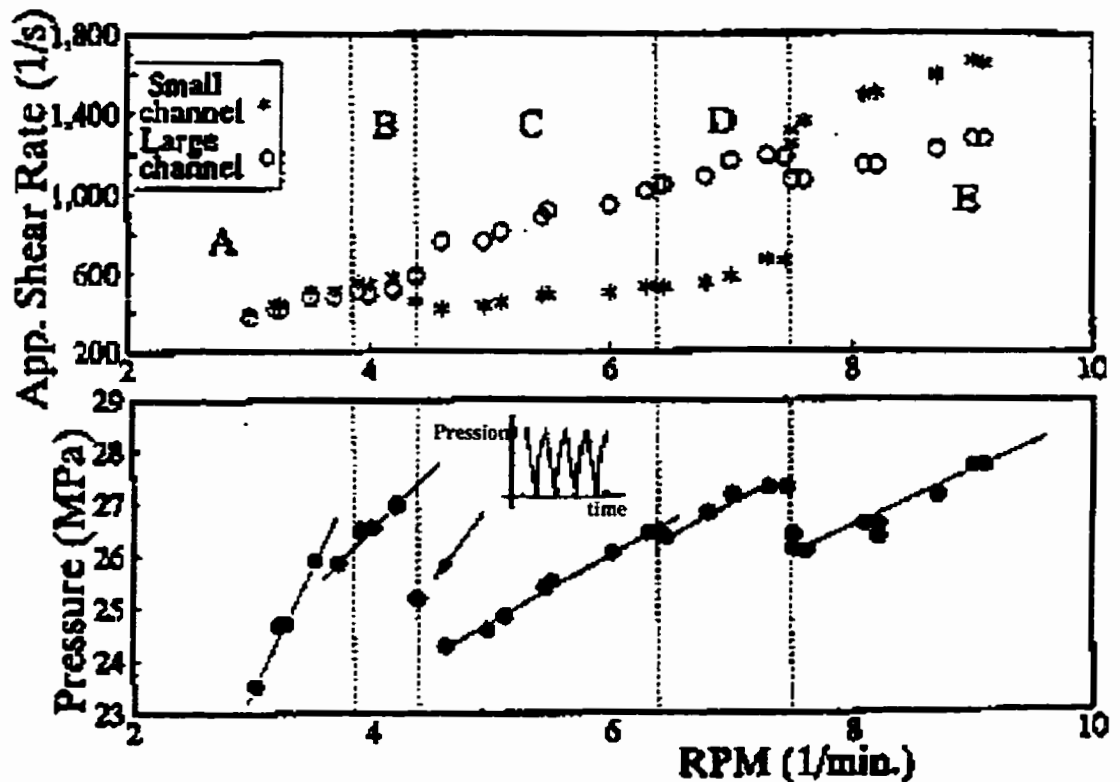


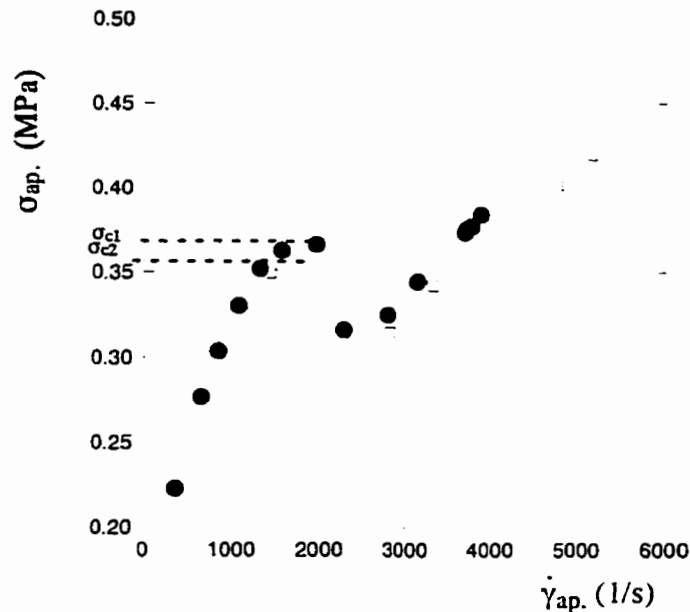
Figure 3.12 : Taux de cisaillement apparent et pression du PEHD 16A versus le RPM de la vis extrudeuse.  $T = 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ , (Wang, 1993)

Nous avons calculé un taux de cisaillement moyen par rapport au temps pour les deux capillaires parce que le débit à la sortie de la filière varie dans le temps dans la zone d'oscillation. Le taux de cisaillement moyen dans le grand capillaire est plus grand que celui du petit capillaire. Juste après l'apparition des oscillations, la pression dans le réservoir chute par rapport à ce que l'on s'attend à voir, tel qu'illustré aux figures 3.11 et 3.12. Le taux de cisaillement associé au grand capillaire ( $D = 1.59\text{ mm}$ ) croît alors que celui associé au petit capillaire ( $D = 1.07\text{ mm}$ ) décroît. Pour commenter cette observation nous rappelons que la courbe d'écoulement pour les polymères présentant les oscillations comprend deux branches. Comme indiqué dans la revue bibliographique, plusieurs auteurs ont expliqué la discontinuité de la courbe d'écoulement par le mécanisme de

glissement. Lorsque le polymère commence à glisser à la paroi du grand capillaire la pression à l'entrée de la filière chute. Par conséquent, avec un niveau de pression moins important que celui qui serait obtenu dans des conditions sans glissement, on a une chute de débit dans le petit capillaire. Puis la pression dans le réservoir continue à croître en fonction du RPM. Le taux de cisaillement dans le grand capillaire reste supérieur à celui du petit capillaire. À partir du RPM égal à 29 le taux de cisaillement dans le grand capillaire devient identique à celui du petit capillaire ( figure 3.11 ). Pour le PEHD 16A et avec les RPM supérieurs à 8, le taux de cisaillement associé au petit capillaire devient supérieur à celui associé au grand capillaire.

Nous devons attirer l'attention sur l'origine du déclenchement de l'écoulement oscillatoire. D'après les résultats de calcul obtenus et les observations visuelles, la question qui se pose est celle de savoir si les oscillations sont causées par un effet de paroi du capillaire ou bien si elles sont initiées en amont de la filière. Nous allons montrer que le grand capillaire de la filière à deux trous permet d'avoir la contrainte critique de début des oscillations. Pour s'assurer de cela, nous avons extrudé le polymère ( PEHD 12165) dans une filière à un seul capillaire de diamètre 1.6 mm (  $L/D=24$ ) dans les mêmes conditions thermiques que pour la filière à deux capillaires (figure 3.13 ).





**Figure 3.13 : Courbe d'écoulement du PEHD 12165 avec la filière à deux capillaires et la filière à un seul capillaire sous une température de 196 °C .**

● capillaire de la filière à deux capillaires (D=1.59 mm).

□ capillaire de la filière à un seul capillaire (D=1.6 mm).

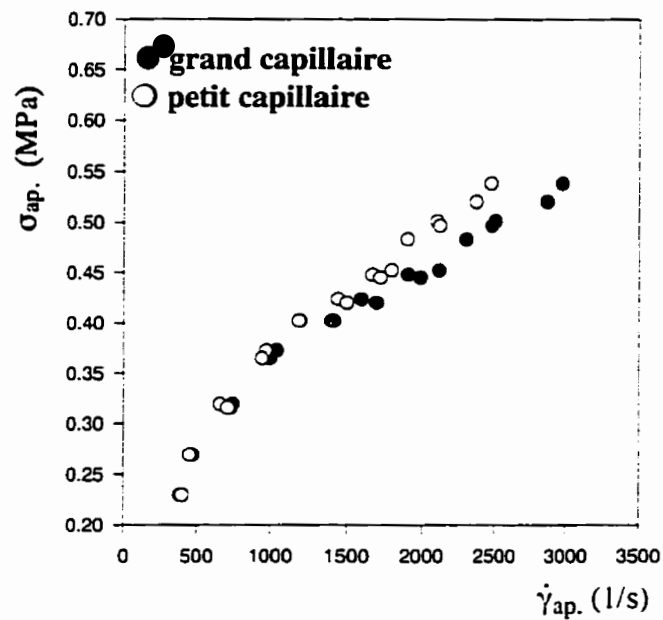
Dans la filière à un seul capillaire, les oscillations apparaissent à une contrainte critique apparente comparable que celle obtenue avec la filière à deux capillaires. Les évolutions des défauts dans la filière à un seul capillaire et à deux capillaires sont semblables. On conclut donc que les oscillations apparaissent à une contrainte critique peu influencée par la géométrie.

Nous avons aussi observé des oscillations de pression à l'intérieur du fourreau. Cette observation ne permet pas de confirmer que les transformations ( les oscillations accompagnées par un changement périodique de couleur et de défaut ) sont initiées en amont de la filière. Nous parlerons dans le chapitre 4 des oscillations de pression enregistrées à différentes position de la vis.

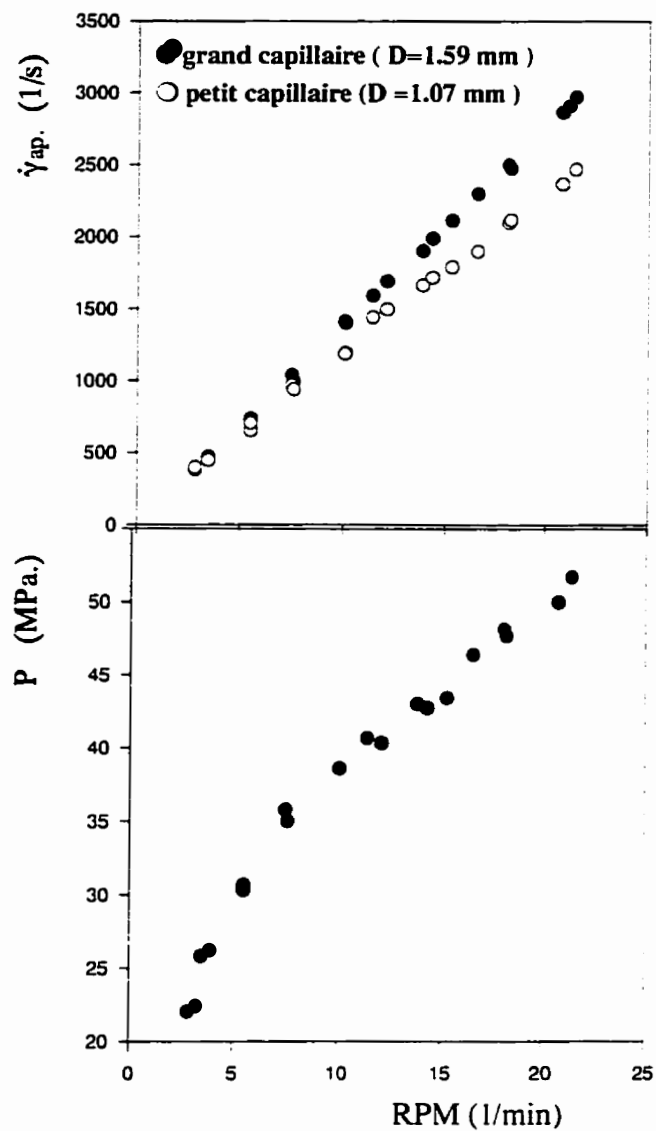
### La courbe d'écoulement du PEBDL 12J1

Nous rappelons que le PEBD 12J1 ne présente pas des oscillations de pression et de débit.

La figure 3.14 représente la courbe d'écoulement. Les variations des taux de cisaillement et de la pression versus le RPM sont présentées sur la figure 3.15 .



**Figure 3.14 : La courbe d'écoulement du PEBDL 12J1 avec la filière à deux capillaires et sous une température de 198 °C.**



**Figure 3.15 : Taux de cisaillement apparent et pression du PEBDL 12J1 versus le RPM de la vis extrudeuse.  $T = 198\text{ }^{\circ}\text{C}$ .**

En examinant la courbe d'écoulement, on trouve pour la même contrainte de cisaillement que le taux de cisaillement dans le grand capillaire est plus grand que celui dans le petit capillaire bien que les deux capillaires aient le même rapport  $L/D$ .

Les effets thermiques ( Annexe 1 ) n'expliquent pas les résultats obtenus pour l'écoulement du PEHD 12165 et du PEBDL 12J1 dans la filière à deux capillaires. L'introduction du glissement dans l'analyse révèle certains faits. En particulier, le glissement est influencé par la nature du polymère et par la géométrie. Dans le cas du PEBDL 12J1, il semble que le glissement soit plus important dans le grand capillaire. Par contre, avec le PEHD 12165, le glissement n'est pas complètement favorisé par le grand diamètre surtout à RPM élevé. Nous ne pouvons pas établir clairement ici si les instabilités sont liées uniquement au glissement ou si elles sont propres à la nature du polymère. Nous envisageons dans la suite de cette partie de faire une estimation de la vitesse de glissement pour le PEBDL 12J1 afin de rendre l'interprétation de l'effet du glissement sur les instabilités fiable.

### 3.3.3 Estimation de la vitesse de glissement

La méthodologie de calcul se base sur une résolution de l'équation de mouvement. Nous faisons quelques hypothèses durant la résolution du problème. Nous considérons dans notre application les résultats obtenus avec le PEBDL 12J1 dans la filière à deux capillaires ( figure 3.16 ).

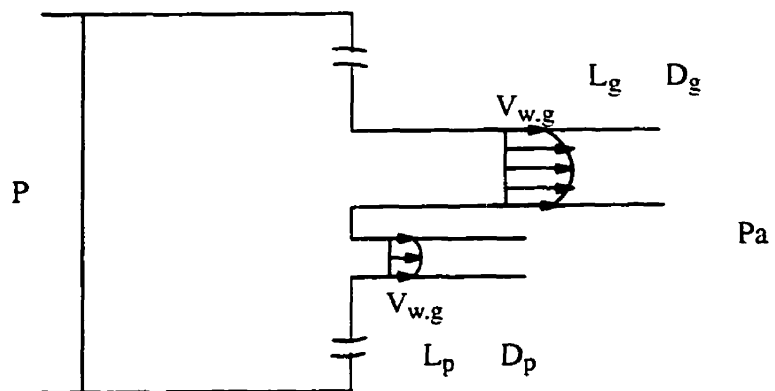


Figure 3.16 : Schéma de la filière à deux capillaires

Le régime d'écoulement est stationnaire. Le polymère est incompressible. La viscosité est décrite par une loi de puissance. Les termes d'inertie et les effets thermiques sont négligeables. Nous supposons que l'écoulement est développé dans chacun des deux capillaires.

Nous avons déterminé les corrections d'entrée et de sortie par la technique de Bagley pour deux séries de filières dont les diamètres respectifs sont égaux à 1.6 mm et 1.07 mm (figures 3.17 et 3.18 ). Les corrections de Bagley permettent d'avoir des valeurs de contraintes de cisaillement à la paroi de la filière.

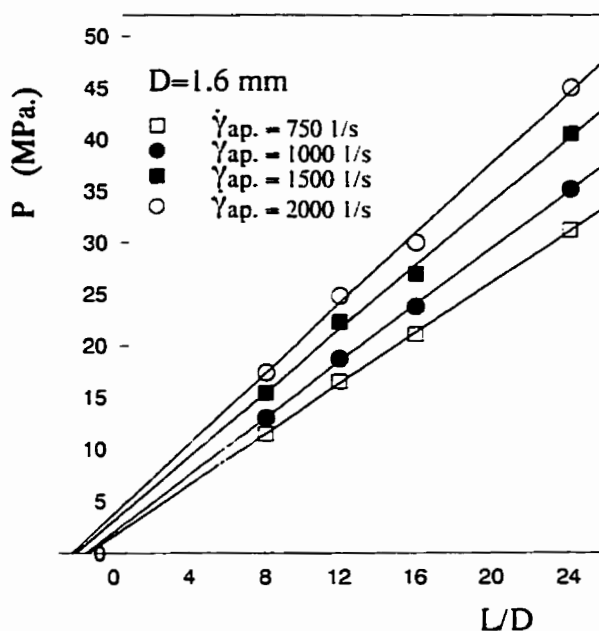
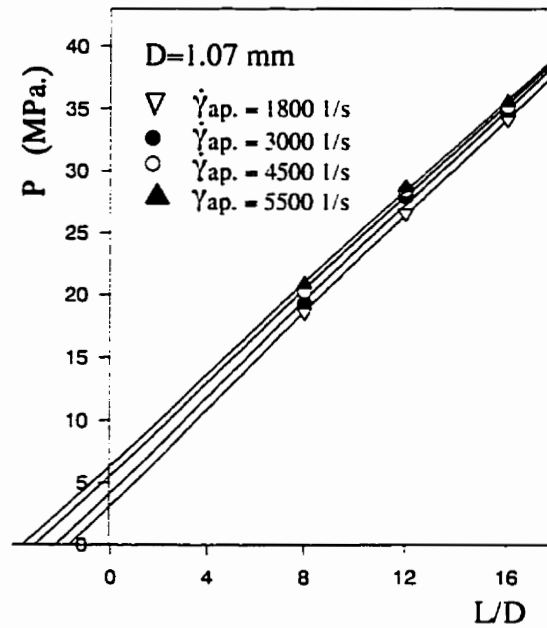


Figure 3.17 : Corrections de Bagley du PEBDL 12J1 avec des filières de diamètre égal à 1.6 mm. T= 198 °C.



**Figure 3.18 : Corrections de Bagley du PEBDL 12J1 avec des filières de diamètre égal à 1.07 mm. T= 198 °C.**

Nous n'avons pas utilisé une filière de rapport  $L/D$  égal à 24 et de diamètre 1.07 mm parce que cette dernière n'était pas conçue.

La contrainte de cisaillement en paroi ( $\sigma_w$ ) est obtenue selon l'une ou l'autre des deux relations suivantes:

$$\sigma_w = \frac{P - P_o}{4\frac{L}{D}} \text{ ou } \sigma_w = \frac{P}{4(\frac{L}{D} + e)} \quad (3.7)$$

$P_o$  : excès de perte de charge dû aux effets d'entrée et de sortie.

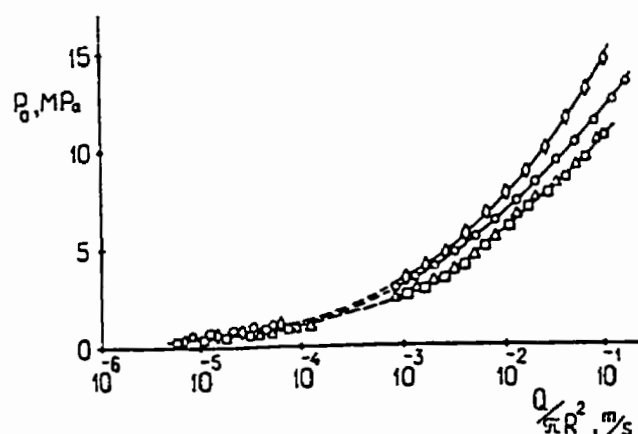
$e$  : correction d'entrée et de sortie

Les corrections de Bagley ( $e$ ) évaluées à partir des figures 3.17 et 3.18 sont présentées au tableau 3.3 .

**Tableau 3.3 : Les corrections de Bagley (e) pour le PEBDL 12J1 à une température égale à 198 °C.**

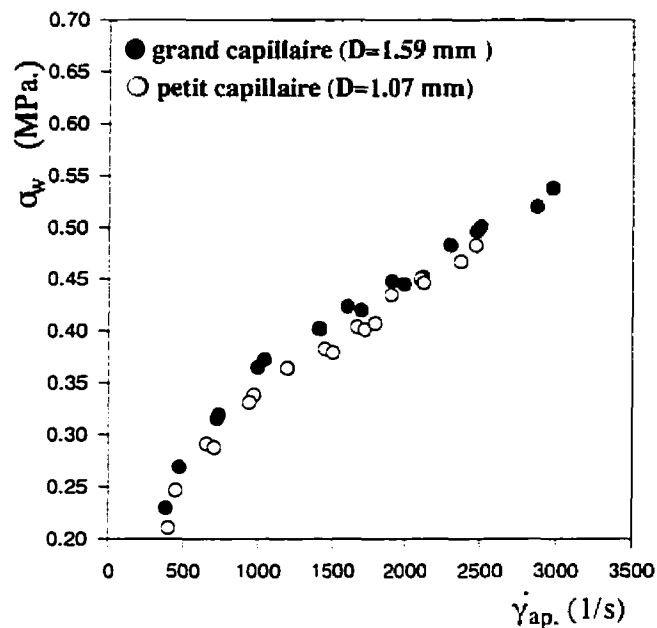
diamètre ( mm )	taux de cisaillement (1/s)	correction de Bagley (e)
1.6	750	1.32
	1000	1.44
	1500	1.89
	2000	2.18
1.07	1800	2.19
	3000	2.71
	4500	3.01
	5500	3.49

Vinogradov et al. (1984) ont remarqué que la chute de pression ( $P_e$ ) dépend du diamètre du capillaire (figure 3.19) : la chute de pression est d'autant plus grande que le diamètre est petit.



**Figure 3.19 :  $P_e$  ( excès de perte de charge dû aux effets d'entrée et de sortie) versus la vitesse moyenne d'écoulement et pour différents diamètres du capillaire. PB à 293 K D:  $\diamond$  0.7 mm;  $\circ$  1 mm;  $\square$  1.7 mm;  $\Delta$  2.1 mm ( Vinogradov et al. 1984 )**

La figure 3.20 présente la courbe d'écoulement après corrections des effets d'entrée et de sortie. On peut remarquer qu'on a presque une superposition des courbes d'écoulement respectives du grand et du petit capillaire. Donc, on peut dire que l'estimation de la vitesse de glissement n'est pas nécessaire. Malgré ce fait expérimental, nous tenons à présenter la méthode analytique d'estimation de la vitesse de glissement.



**Figure 3.20 : La courbe d'écoulement du PEBDL 12J1 après correction des effets d'entrée et de sortie. La filière est à deux capillaires et sous une température de 198 °C.**

Nous imposons une condition de glissement à la paroi des deux capillaires. La vitesse de glissement est une loi de puissance avec la contrainte et dépend du diamètre du capillaire.

$$V_w = a D^b \sigma_w^c \quad (3.8)$$

où  $a$ ,  $b$ ,  $c$  : paramètres de la loi de glissement.



La viscosité du polymère est décrite par une loi de puissance.

$$\eta = m\dot{\gamma}^{n-1} \quad (3.9)$$

$m, n$  : paramètres de la loi de puissance.

L'expression du débit d'écoulement dans le capillaire est la suivante:

$$Q_c = \frac{\pi}{4} D^2 V_w + \frac{\pi}{8} \left( \frac{n}{3n+1} \right) D^3 \left( \frac{\Delta P D}{4mL} \right)^{\frac{1}{n}} \quad (3.10)$$

$\Delta P$ : la chute de pression dans le capillaire après corrections.

Par hypothèse de conservation de la matière, le débit total à l'entrée de la filière est égal à la somme du débit dans le grand capillaire et du débit dans le petit capillaire.

$$Q_{total} = Q_{c,g} + Q_{c,p} \quad (3.11)$$

Les inconnues sont  $a, b, c, m, n$ . Un programme d'optimisation est utilisé pour déterminer les inconnues mentionnées ci-avant. Les deux conditions suivantes sont imposées.  $0 < n < 1$  et  $10^2 < m < 10^6$ ;  $m$  en  $\text{Pa.s}^n$ .

L'erreur d'optimisation des paramètres est de  $10^{-9}$ . Nous trouvons les paramètres de la loi de glissement pour le PEBDL 12J1 égaux à :

$$a = 20.32 \text{ (m/s. m}^{-b} \cdot \text{Pa}^{-c})$$

$$b = 10.89$$

$$c = 2.91$$

Les paramètres de la loi de puissance sont égaux à :

$$m = 50005 \text{ Pa.s}^n$$

$$n = 0.39$$

D'après les résultats d'optimisation des paramètres, les vitesses de glissement sont très faibles et même négligeables pour le PEBDL 12J1 ( de l'ordre de  $10^{-7} \text{ m/s}$  ). La non

superposition des courbes d'écoulement avant est due aux effets d'entrée et de sortie. L'hypothèse d'un écoulement développé n'est peut être pas satisfaisante parce que l'écoulement peut devenir instable avec l'apparition des défauts de type 'stick-slip'. Il est aussi possible que le glissement ne soit pas à l'origine de la non superposition des courbes d'écoulement obtenues avec la filière à deux capillaires.

### **3.3.4 Description des défauts observés avec la filière à deux capillaires**

#### **□ Le PEHD 12165**

Les défauts observés dans la filière à deux capillaires sont semblables à ceux déjà décrits dans la sous-section 3.2.2. L'alternance entre le défaut type peau de requin et la forme lisse durant les oscillations, est observée uniquement dans le grand capillaire.

#### **□ Le PEBDL 12J1**

– Les défauts dans le capillaire de diamètre 1.59 mm: Pour des RPM inférieurs à 5, l'extrudat fondu a une surface lisse à l'oeil nu et une couleur blanche. À un RPM égal à 7.5, le défaut est léger de type peau de requin. La couleur est blanche. Avec des RPM qui sont compris entre 9 et 12, le défaut de peau de requin s'accroît et l'extrudat devient translucide. On observe sur la surface de l'extrudat des ondulations de petites amplitudes. Les défauts s'aggravent avec l'augmentation du RPM. À un RPM égal à 15, on a des défauts de volume. On observe des ruptures non homogènes. Pour des RPM supérieurs à 17, l'extrudat a une forme chaotique.

– Les défauts dans le capillaire de diamètre 1.07 mm: Pour des RPM inférieurs à 10, l'extrudat est lisse et de couleur blanche. À des RPM supérieurs à 10, on observe le défaut peau de requin. La taille du défaut croît avec le RPM. Pour des RPM supérieurs à 17, le défaut est de forme chaotique.

### 3.4 La courbe caractéristique de la vis extrudeuse

L'instabilité oscillante se distingue aussi par l'allure de la courbe caractéristique de la vis extrudeuse. Dans la représentation ( $\frac{\dot{m}}{RPS}$ ) versus la pression dans le réservoir, on retrouve les deux branches de l'écoulement venant avant et après les oscillations. Sur les figures 3.21 et 3.22 la variation du ( $\frac{\dot{m}}{RPS}$ ) versus la pression est représentée. Nous avons utilisé plusieurs filières. Les filières ont différentes résistances à l'écoulement.

RPS: le nombre de rotation de la vis par seconde.

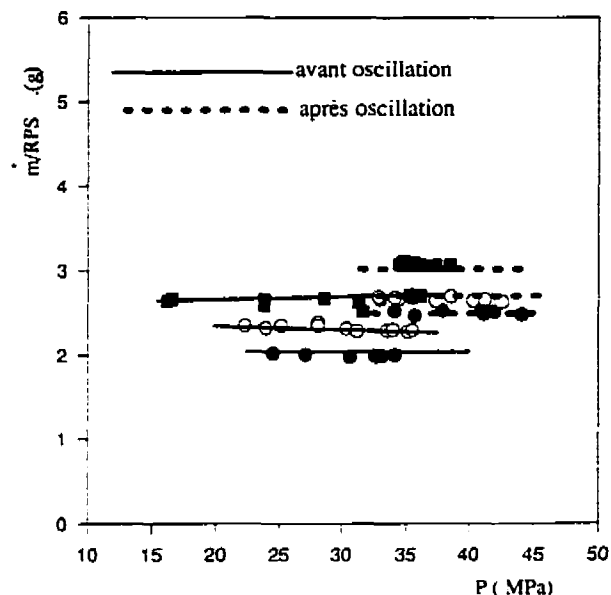
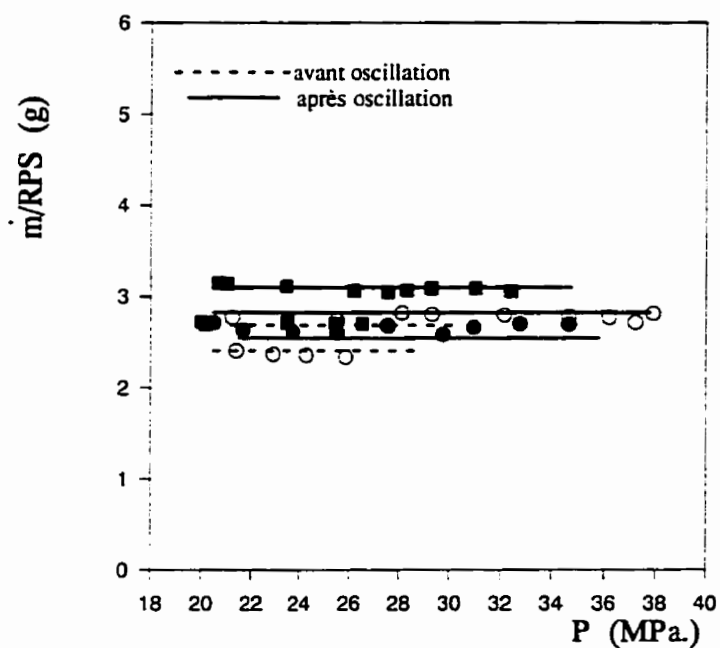


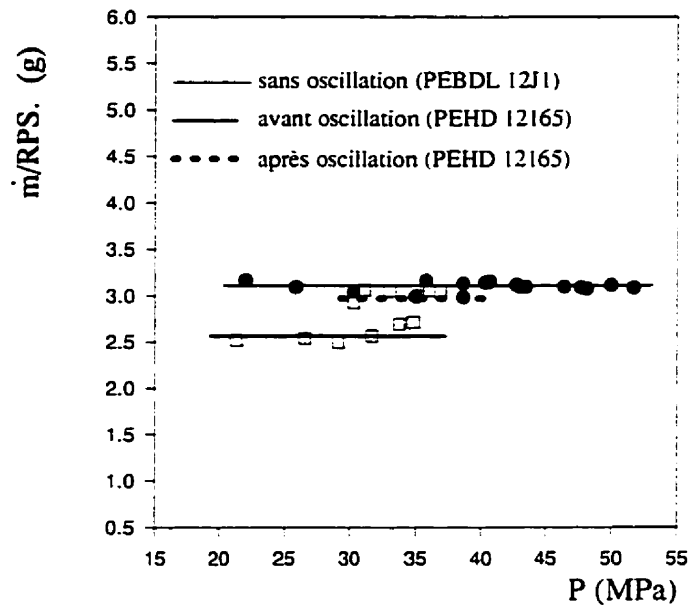
Figure 3.21 : Courbe caractéristique de la vis à 206 °C et avec le PEHD 12165 dans des filières à un seul capillaire de rapport L/D égal à 24.  
 ● D=1.3 mm, ○ D=1.6 mm, ■ D=2mm.



**Figure 3.22 : Courbe caractéristique de la vis à 206 °C et avec le PEHD 16A dans des filières à un seul capillaire de rapport L/D égal à 24.**

● D=1.3 mm, ○ D=1.6 mm, ■ D=2mm.

La figure 3.23 présente les courbes caractéristiques du PEHD 12165 et du PEBDL 12J1 pour l'écoulement dans la filière à deux capillaires.



**Figure 3.23 : Courbes caractéristiques de la vis extrudeuse pour deux polyéthylènes linéaires dans la filière à deux capillaires. □ PEHD 12165, T=196 °C. ● PEBDL 12J1, T=198 °C.**

Le PEBDL 12J1 ne présente pas d'oscillations. La courbe caractéristique avec le PEBDL 12J1 a l'allure d'une droite de pente très faible. La courbe obtenue avec le PEHD 12165 est composée de deux branches: la première branche caractérise l'écoulement qui vient avant les oscillations et pour des taux de cisaillement inférieurs à  $2000 \text{ s}^{-1}$ , la deuxième correspond à l'écoulement qui suit les oscillations. Pour cette dernière branche les taux de cisaillement sont supérieurs à  $2500 \text{ s}^{-1}$ . On note que la vis a une performance supérieure quand le processus d'extrusion se fait après les oscillations. L'apparition des deux branches dépend du polymère et non de la filière utilisée. On peut voir sur les figures 3.21 , 3.22 et 3.23 l'effet de la résistance de la filière sur l'écoulement. Plus la résistance de la filière est faible et plus le rapport  $\left( \frac{\dot{m}}{RPS} \right)$  est grand. Le saut qui sépare les deux branches peut

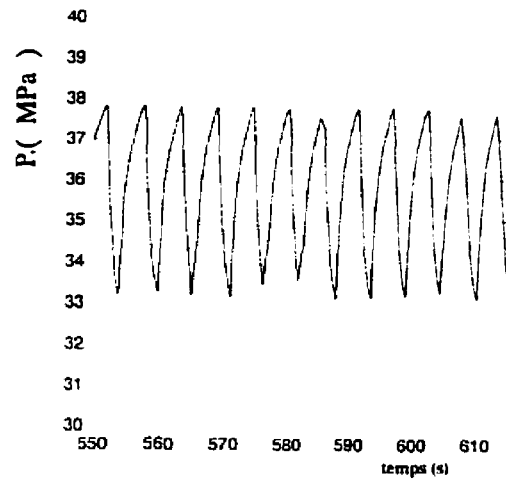
s'expliquer par le fait que les RPM atteints dans la première zone sont faibles et la performance de la vis n'est pas encore adéquate.

### **3.5 Influence des paramètres d'étude sur les oscillations**

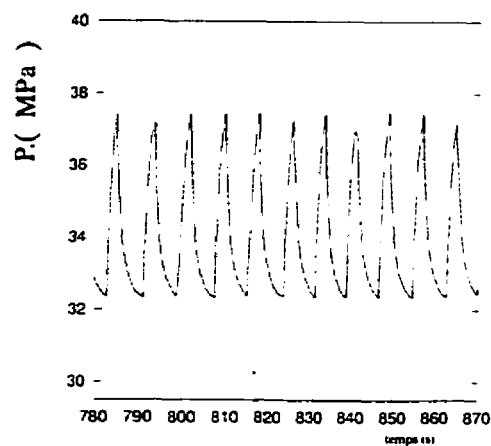
Dans ce sous-chapitre, nous nous intéressons aux oscillations de la pression. La pression oscille périodiquement dans le temps. Nous appelons ( $T$ ) la période moyenne des oscillations, ( $T_1$ ) le temps moyen de la montée de la pression et ( $T_2$ ) le temps moyen de la descente de la pression.

#### **3.5.1 Influence de la vitesse de rotation de la vis ( RPM )**

Lorsqu'on fait croître le RPM, on augmente le débit d'extrusion qui passe dans la filière. Par rapport à chaque filière, l'augmentation du RPM se traduit par une augmentation du taux de cisaillement dans le capillaire. Le RPM qui correspond à l'apparition des oscillations croît avec le diamètre et la longueur de la filière. La plage de RPM pour les oscillations stables est d'autant plus large que le diamètre et la longueur de la filière sont grands. Les figures 3.24 et 3.25 illustrent les oscillations de la pression enregistrées pour deux valeurs de RPM. L'amplitude des oscillations est peu affectée par le RPM. La période croît légèrement avec le RPM. Le temps ( $T_1$ ) décroît avec le RPM alors que le temps ( $T_2$ ) augmente avec l'augmentation du RPM. Les oscillations sont plus anguleuses quand le RPM augmente ( figure 3.25 ) .



**Figure 3.24 : Les oscillations de la pression du PEHD 12165 à 206 °C et un RPM de 18.1 min<sup>-1</sup>. Filière de rapport L/D égal 24 et de diamètre D=1.6 mm.**



**Figure 3.25 : Les oscillations de la pression du PEHD 12165 à 206 °C et un RPM de 20 min<sup>-1</sup>. Filière de rapport L/D égal 24 et de diamètre D=1.6 mm.**

### 3.5.2 Influence du volume de réservoir

Lupton et Regester (1965) ; Uhland (1979) ; Weill (1980) ; Kalika et Denn (1987) ; Hatzikiriakos et Dealy (1992) et Durand (1993) ont utilisé des rhéomètres capillaires et ont observé que la cinétique des oscillations dépend du volume du réservoir. Ils ont noté

que la période des oscillations augmente avec ce volume. Ces auteurs ont admis que cette augmentation est due à un effet de compressibilité du polymère.

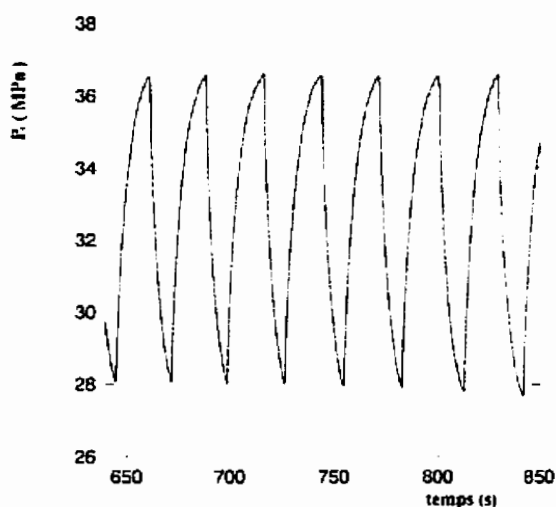
Dans notre travail d'extrusion, nous avons utilisé trois réservoirs de même diamètre (2.54 cm ) et de longueurs respectives de 7.62, 10.16 et 12.7 cm. D'après les résultats obtenus et qui sont illustrés dans le tableau 3.4 , la période des oscillations s'avère être à peu près indépendante du volume du réservoir, ce qui contraste fortement avec les résultats des auteurs mentionnés au début de ce paragraphe. Par ailleurs, la période diminue très rapidement avec le diamètre de la filière.



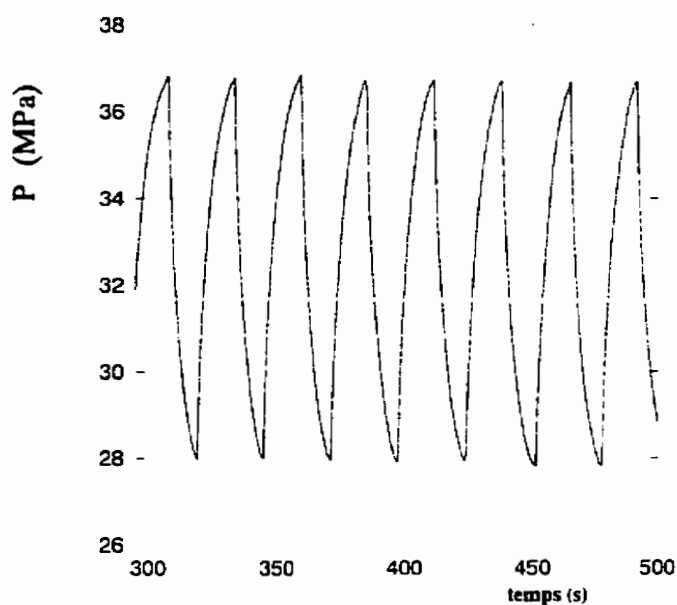
**Tableau 3.4 : Les paramètres d'oscillations du PEHD 12165**

filière. L/D=24	longueur du réservoir en pouces	RPM . ( tours /mi- nute )	amplitude moyenne de pression ( MPa )	période moyenne: T ( s )	temps moyen de montée: T <sub>1</sub> ( s )	temps moyen de descente: T <sub>2</sub> ( s )
D=1.3 mm	3	7.5	8.728	28.85	16.19	12.65
	4		8.466	25.94	14.61	11.33
	5		8.612	28.48	16.84	11.64
D=1.6 mm	3	18.1	4.274	5.82	3.43	2.39
		20	4.550	7.95	2.35	5.6
	5	18.1	4.688	6.80	3.41	2.39
		20	4.963	7.09	2.38	4.71
D=2 mm	3	32	3.158	2.55	1.52	1.03
		33.5	3.022	2.51	1.30	1.21
	5	32	2.789	2.38	1.29	1.09
		33.5	2.868	2.41	1.25	1.16

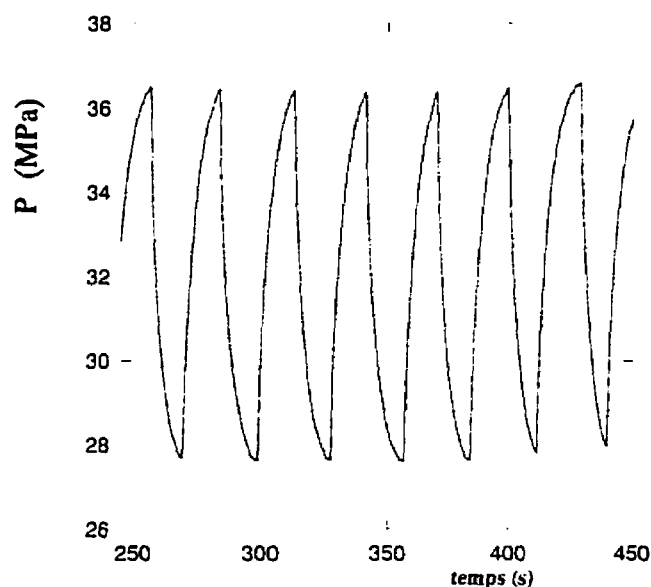
Des exemples d'illustration sont représentés par les figures 3.26 , 3.27 et 3.28 . Les figures rapportent les oscillations obtenues avec le PEHD 12165 dans une filière de 1.3 mm de diamètre et à un RPM égal à 7.5 (1/min). Le volume du réservoir est indiqué dans chaque figure.



**Figure 3.26 : Les oscillations de la pression du PEHD 12165 à 206 °C dans un réservoir de longueur 5 pouces.  $L/D=24$ ,  $D=1.3$  mm**



**Figure 3.27 : Les oscillations de la pression du PEHD 12165 à 206 °C dans un réservoir de longueur 4 pouces.  $L/D=24$ ,  $D=1.3$  mm**



**Figure 3.28 : Les oscillations de la pression du PEHD 12165 à 206 °C dans un réservoir de longueur 3 pouces.  $L/D=24$ ,  $D=1.3$  mm**

Le tableau 3.5 contient les paramètres d'oscillations du PEHD 16A.

**Tableau 3.5 : Les paramètres d'oscillations du PEHD 16A.**

filière. $L/D=24$	longueur du réservoir en pouces	RPM . ( tours / minute )	amplitude moyenne de pression ( MPa )	période moyenne: $T$ ( s )	temps moyen de montée: $T_1$ ( s )	temps moyen de descente: $T_2$ ( s )
$D=1.6$ mm	5	6	8.273	20	10.5	9.5
$D=2$ mm	5	10	7.928	15	6.25	8.75

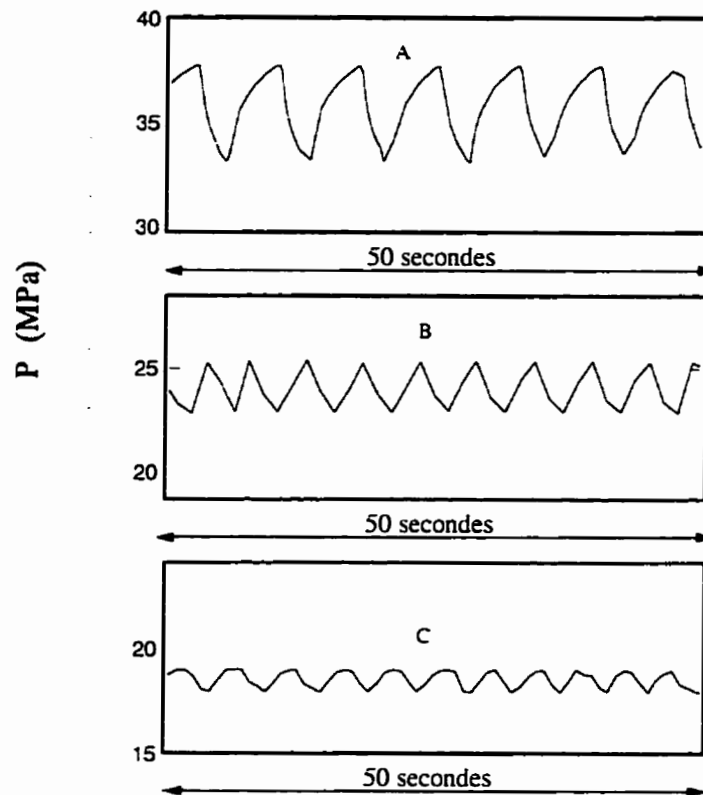
Maintenant nous essayons d'expliquer pourquoi nous ne trouvons pas une dépendance claire entre la période des oscillations et le volume du réservoir. Il semble que les longueurs des réservoirs utilisés soient trop petites pour observer clairement s'il existe des variations de la période.

### 3.5.3 Influence de la géométrie de la filière

La géométrie de la filière est définie par le diamètre, la longueur du capillaire et l'angle d'entrée de la filière. Les critères considérés pour étudier l'influence de la géométrie de la filière sur les oscillations sont: la température d'extrusion, la contrainte critique de début des oscillations et le volume de réservoir. Les critères sont les mêmes pour toutes les expériences. Donc, on voit qu'il est possible d'étudier l'influence de la longueur du capillaire en utilisant des filières de même diamètre. Dans notre cas, il n'était pas évident d'effectuer des expériences concernant l'influence du diamètre du capillaire sur les oscillations puisqu'on ne peut pas avoir la même contrainte critique.

#### \* Influence de la longueur de la filière

Nous avons extrudé sous une température de 206 ° C le PEHD 12165 dans trois filières de diamètre égal à 1.6 mm et de différents rapports L/D. Nous avons considéré un cycle d'oscillations s'étalant sur un temps égal à 50 secondes pour faciliter la comparaison des oscillations obtenues avec chacune des trois filières (figure 3.29 ). La fréquence des oscillations augmente avec l'inverse de la longueur de la filière. Une augmentation de la longueur du capillaire entraîne une augmentation de l'amplitude, de la période (  $T$  ) et des temps (  $T_1$  ) et (  $T_2$  ) des oscillations.



**Figure 3.29 : Influence de la longueur du capillaire. PEHD 12165,  $T=206^{\circ}\text{C}$ ,  $D=1.6\text{ mm}$ . A:  $L/D=24$ , B:  $L/D=16$ , C:  $L/D=12$**

**\* Influence du diamètre de la filière**

Le tableau 3.4 contient les résultats d'expériences d'extrusion effectuées avec trois filières de rapport  $L/D$  égal à 24. L'examen de ce tableau montre que l'amplitude et la période ( $T$ ) augmentent lorsqu'on diminue le diamètre ou qu'on augmente la longueur de la filière. On déduit donc de l'étude sur les filières de même rapport  $L/D$  et de celle faite sur l'influence de la longueur du capillaire, qu'une diminution du diamètre du capillaire implique une forte augmentation de l'amplitude et de la période ( $T$ ) des oscillations. Par une analyse basée sur la compressibilité du polymère dans le réservoir, Weill (1980) a montré que la cinétique des oscillations est proportionnelle au rapport  $\frac{L}{D^3}$ . D'après les

résultats expérimentaux (figure 3.29 ), la cinétique des oscillations est proportionnelle à la longueur puisque nous avons utilisé des filières de même diamètre.

### 3.6 Conclusion

Nous avons extrudé deux polyéthylènes à haute densité ( PEHD 12165 et PEHD 16A ) présentant des oscillations. L'écoulement oscillatoire de ces deux polymères se caractérise par une courbe d'écoulement non monotone, une contrainte critique à l'apparition des oscillations. La contrainte critique augmente avec la température et est peu influencé par la géométrie de la filière. Elle dépend de la nature du polymère. La contrainte critique apparente du début des oscillations est de l'ordre de 0.36 MPa pour le PEHD 12165 et de 0.27 MPa pour le PEHD 16A. La deuxième branche de la courbe d'écoulement est influencée par la géométrie de la filière. Les filières utilisées sont de même rapport  $L/D$  afin d'avoir les mêmes effets d'entrée et de sortie. Cette dépendance est due au glissement. L'analyse de l'écoulement dans la filière à deux capillaires montre que pour des taux de cisaillement apparents supérieurs à 3500 1/s et 1300 1/s respectivement pour le PEHD 12165 et le PEHD 16A, le glissement est plus important dans le grand capillaire que dans le petit capillaire. Le glissement n'est pas observé dans l'écoulement du PEBDL 12J1. En effet, la non superposition des courbes d'écoulement du PEBDL 12J1 associés au petit et au grand capillaire est due aux effets d'entrée et de sortie. Nous avons aussi étudié l'influence du RPM, du volume de réservoir, de la géométrie de la filière et du taux de cisaillement sur les oscillations. Nous avons observé un effet notable de la géométrie de la filière sur les oscillations. En effet, l'amplitude et la période (  $T$  ) des oscillations sont inversement proportionnelles au diamètre et proportionnelles à la longueur du capillaire de la filière. Le taux de cisaillement et le RPM affecte plus les temps

( T1 ) et ( T2 ) que l'amplitude et la période ( T ). Le temps (T1) décroît lorsque le RPM ou le taux de cisaillement augmente.

## **CHAPITRE 4**

# **RÔLE DE LA COMPRESSIBILITÉ DANS L'INSTABILITÉ DE L'ÉCOULEMENT OSCILLATOIRE**

### **4.1 Introduction**

Les oscillations périodiques de la pression génèrent un écoulement non stationnaire. En outre, ces oscillations sont expliquées par une manifestation de la compressibilité, de la viscoélasticité et du glissement du polymère. Plusieurs auteurs ont préconisé une modélisation de ces oscillations qui permettrait de cerner leur origine et plusieurs modèles fourmillent dans la littérature. Nous avons discuté de ces modèles dans le chapitre (1) concernant la revue bibliographique. Nous précisons ici que notre objectif n'est pas de modéliser l'instabilité oscillante, mais de faire une revue critique du concept de la compressibilité. Plus précisément, dans ce qui suit nous allons démontrer d'une manière rigoureuse le rôle de la compressibilité pour la description des variations du débit durant les oscillations. Pour ce faire nous parlerons de l'origine de l'hypothèse de la compressibilité et nous donnerons un complément bibliographique dans la première section de ce chapitre. Dans la deuxième section considérée comme le noyau de ce chapitre, nous utiliserons la loi de conservation de la matière pour développer une méthode analytique exacte qui servira à évaluer l'effet de la compressibilité. Nous considérons les résultats des travaux effectués par Durand (1993) et ceux de Hatzikiriakos et Dealy (1992) pour valider numériquement cette méthode. Ces auteurs ont extrudé les polymères étudiés dans des rhéomètres capillaires. Ensuite nous allons quantifier l'effet de la compressibilité dans l'écoulement oscillatoire des deux PEHD manipulés dans notre travail d'extrusion.



## 4.2 Hypothèse de la compressibilité et complément bibliographique.

L'hypothèse de la compressibilité est introduite pour expliquer l'écoulement oscillatoire dans un rhéomètre à débit imposé. Plus précisément, l'écoulement oscillatoire produit par certains polymères est accompagné d'une éjection du polymère ( l'éjection est le saut brusque du débit à la sortie de la filière: le débit passe d'une faible valeur à une autre plus grande ). Nous savons que l'outil d'extrusion dans ce type de rhéomètre emploie un piston qui avance à vitesse constante dans un réservoir rigide. Si le polymère est strictement incompressible, le débit imposé par le piston doit être égal au débit en sortie de la filière. L'hypothèse d'incompressibilité est donc incompatible avec la présence du saut en débit.

Dans les premières approches de la modélisation de l'écoulement oscillatoire, Pearson (1966) a proposé une corrélation empirique fondée sur la notion de la compressibilité. Il a exprimé la période d'oscillation de la pression en fonction du coefficient de la compressibilité, des débits d'extrusion aux bornes de l'instabilité oscillante et de la géométrie du rhéomètre. La période (  $t_p$  ) des oscillations est donnée par la relation suivante:

$$t_p = \frac{t^* \beta \Delta P}{1 - \frac{v_1}{v_2}} \quad (4.1)$$

$t^*$  : temps nécessaire pour vider le réservoir.  $t^*$  est égal au volume du réservoir ( $V_{res}$ ) divisé par le débit d'extrusion (  $\dot{V}$  ) fixé par le déplacement du piston.

$\beta$  : coefficient de la compressibilité.

$\Delta P$ : amplitude des oscillations

$\dot{V}_1$  : débit du début des oscillations.

$\dot{V}_2$  : débit de fin des oscillations.

On voit bien que la période varie linéairement avec le volume du réservoir. En remplaçant, dans la corrélation (4.1) les paramètres  $r^*$ ,  $\beta$ ,  $\Delta P$ ,  $\dot{V}_1$  et  $\dot{V}_2$  par des valeurs obtenues à partir des données expérimentales sur les oscillations de notre travail, ainsi que ceux de Durand et de Hatzikiriakos et Dealy, on trouve que la période ( $t_p$ ) est de l'ordre de 0.1 s. La période recueillie d'une expérience varie en particulier avec la géométrie de la filière et peut atteindre des dizaines de secondes. La corrélation formulée par Pearson n'est pas importante et n'est pas fondée sur des concepts théoriques. Un avantage de cette corrélation est qu'elle explicite la dépendance linéaire entre la période des oscillations et le volume du réservoir.

De nombreux auteurs ont introduit la compressibilité dans leur modélisation de l'écoulement oscillatoire. Weill (1980) a utilisé l'équation de conservation de la matière pour un fluide newtonien et compressible pour analyser la variation de la période des oscillations avec la géométrie. Il a exprimé la période des oscillations en fonction des paramètres géométriques de la filière, de la viscosité et des débits d'extrusion. Or l'approche de Weill ne permet pas d'expliquer la disparition des écoulements oscillatoires à faible valeur du rapport  $L/D$ .

Durand (1993) a considéré un modèle d'oscillateurs de relaxation pour simuler les oscillations. L'idée principale de ce modèle est l'hypothèse de compressibilité. Ce modèle décrit qualitativement la cinétique des oscillations. Durand considère que la variation des débits en montée et en descente de la pression n'est pas liée uniquement à la compressibilité: étant donné que la valeur de la compressibilité est faible, les grands sauts des débits durant les oscillations ne peuvent pas être justifiés.

Carreau (1995) a postulé qu'une variation du débit ne peut pas être obtenue lorsque la compressibilité dans l'équation de continuité est négligée. Ceci est vrai parce qu'on doit imaginer que si le fluide est incompressible et que l'alimentation n'est pas pulsée

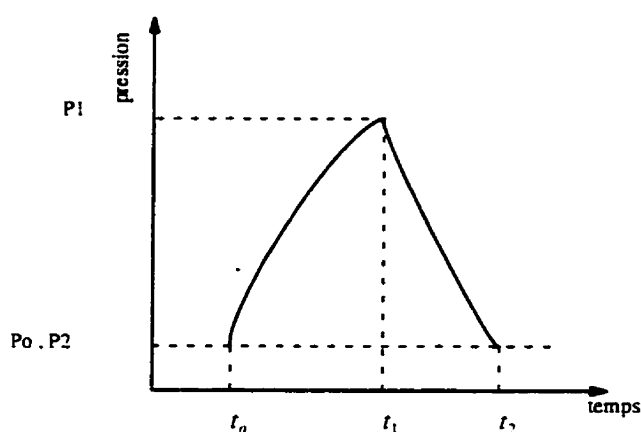
(transitoire), le débit sera alors indépendant du temps. Ce postulat est une preuve de la nécessité de la compressibilité mais n'indique rien sur son insuffisance.

### **4.3 Méthode analytique exacte d'évaluation de la compressibilité**

Nous développons une méthode pour comparer les sauts en débits évalués d'une part avec le modèle de compressibilité et d'autre part avec l'expérience. Si l'outil d'extrusion est une extrudeuse monovis ou un rhéomètre à débit imposé, des oscillations de pression dans le réservoir et des oscillations de débit à la sortie de la filière sont observées. Nous préférons considérer dans ce développement un rhéomètre à débit imposé au lieu d'une extrudeuse monovis. En effet, dans un rhéomètre à débit imposé, le débit d'alimentation ainsi que le volume occupé par le polymère pendant les oscillations sont connus alors que dans une extrudeuse monovis, nous avons une difficulté à évaluer correctement le débit d'alimentation et le volume occupé par le polymère durant une phase de compression, ou de décompression de la masse du polymère pendant l'écoulement oscillatoire. Nous avons considéré les caractéristiques du rhéomètre à débit imposé pour développer une méthode analytique d'évaluation de l'effet de la compressibilité dans l'instabilité de l'écoulement oscillatoire.

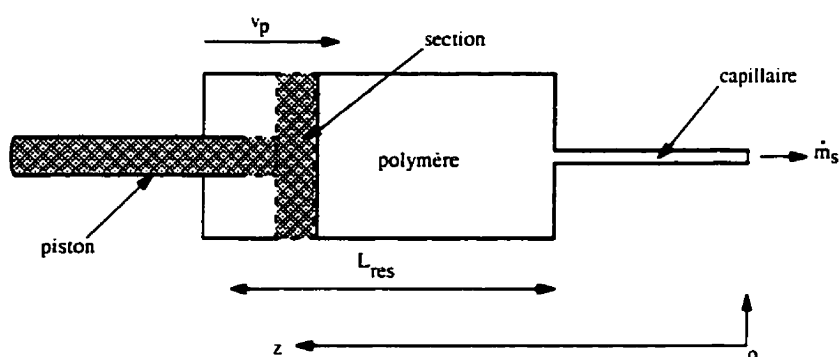
#### **4.3.1 Développement de la méthode**

Nous analysons l'écoulement oscillatoire dans un rhéomètre à débit imposé. La pression dans le réservoir oscille périodiquement dans le temps. Nous schématisons une oscillation de la pression dans le temps par la figure suivante:



**Figure 4.1 : Une oscillation de la pression**

Par le biais de l'hypothèse de la compressibilité, le polymère est comprimé dans le volume du réservoir durant la montée de la pression dans l'intervalle  $[t_0, t_1]$ . Nous nous attendons à ce que la masse par unité de temps à la sortie de la filière soit inférieure à celle alimentée par l'avancement du piston. Durant la descente de la pression dans l'intervalle  $[t_1, t_2]$  la masse déjà comprimée pendant la montée de la pression sera éjectée. La descente de la pression correspond à une phase de décompression du polymère. Le rhéomètre à débit imposé est représenté par la figure ci-dessous:



**Figure 4.2 : Schéma d'un rhéomètre capillaire à débit imposé**

Le piston est de section  $S$  et avance à une vitesse constante  $V_p$ . Le réservoir est de section  $S$  et de longueur  $L_{res}$ . Le volume  $V_{res}$  du réservoir est égal à la longueur ( $L_{res}$ ) multipliée par la section ( $S$ ) du piston. Le polymère est faiblement compressible, la masse volumique ( $\rho$ ) est reliée à la pression selon le modèle suivant:

$$\rho = \rho_o(1 + \beta P) \quad (4.2)$$

$\rho_o$  : masse volumique à une pression nulle de référence.

$\beta$  : coefficient de la compressibilité.

$P$  : pression relative.

Ce modèle de compressibilité est également utilisé par Molenaar et Koopmans (1993), Durand (1993) et Hatzikiriakos et Dealy (1992).

On fait un bilan de masse en régime transitoire sur le réservoir. Ce bilan est exprimé par l'équation suivante:

$$\frac{dm}{dt} = -m_e \quad (4.3)$$

$m$  : la masse du polymère. Nous posons;  $m = \int_0^z \rho S dz$

$m_e$  : débit massique à la sortie de la filière.

Nous appelons  $\dot{m}_e$  la quantité suivante :

$$\dot{m}_e = \rho_o(1 + \beta P) * S * V_p$$

$\dot{m}_e$  est le débit massique équivalent à celui alimenté par l'avancement du piston.  $V_p$  est la vitesse du piston ;  $V_p = -\frac{dz}{dt}$ .

On néglige le volume du capillaire. On considère  $P_2$  égale à  $P_0$ . Cette considération est bien justifiée par les résultats de l'expérience. Après calcul, on peut réduire le bilan de masse à l'équation suivante:

$$\dot{m}_r = \dot{m}_e - \rho_o \beta (V_{res}(o) - \frac{t * \dot{m}_e}{\rho}) * \frac{dP}{dt} \quad (4.4)$$

L'équation (4.4), ci-dessus, est d'une grande utilité. Le débit massique à la sortie de la filière pourra être facilement déterminé puisqu' on a affaire à un rhéomètre à débit imposé. Les paramètres  $V_p$ ,  $S$  et  $V_{res}$  sont connus. La pression et le temps sont saisis par le système d'acquisition de données. Les propriétés physico-chimiques du polymère sont aussi données.

On intègre l'équation de continuité (4.4) sur chacune des deux phases de l'oscillation. Pour la phase de montée qui s'étale sur un temps  $(t_1 - t_o)$ , on calcule une masse de sortie appelée  $m_{r1}$ . La masse  $m_{r1}$  est donnée par l'expression suivante:

$$\int_{t_o}^{t_1} \dot{m}_{r1} dt = \int_{t_o}^{t_1} \dot{m}_e dt - \rho_o \beta \int_{t_o}^{t_1} (V_{res}(t_o) - \frac{(t - t_o) * \dot{m}_e}{\rho}) (\frac{dP}{dt})_1 dt \quad (4.5)$$

Nous posons  $m_{r1} = \int_{t_o}^{t_1} \dot{m}_{r1} dt$ .

De même on obtient la masse de sortie ( $m_{r2}$ ) durant la phase de descente de la pression qui s'étale sur l'intervalle  $[t_1, t_2]$ .

$$\int_{t_1}^{t_2} \dot{m}_{r2} dt = \int_{t_1}^{t_2} \dot{m}_e dt - \rho_o \beta \int_{t_1}^{t_2} (V_{res}(t_1) - \frac{(t - t_1) * \dot{m}_e}{\rho}) (\frac{dP}{dt})_2 dt \quad (4.6)$$

Nous posons également  $m_{r2} = \int_{t_1}^{t_2} \dot{m}_{r2} dt$ .

**Remarque 1:** Les équations (4.5) et (4.6) contiennent le débit imposé  $\dot{m}_e$ . La pression est une fonction du temps et par conséquent le débit  $\dot{m}_e$  dépend du temps. Nous aurons besoin

de cette remarque quand nous analyserons l'écoulement oscillatoire dans une extrudeuse monovis.

### 4.3.2 Évaluation du saut en débit dans un rhéomètre

Ici nous exploitons le développement précédent ( section 4.3.1 ) pour démontrer le rôle de la compressibilité. Nous utilisons dans l'application les résultats de Durand (1993), Hatzikiriakos et Dealy (1992). Nous nous intéressons à ces résultats parce que le travail expérimental est présenté au complet et les dimensions des éléments du rhéomètre sont données.

Avant de calculer les masses ( $m_{i1}$ ) et ( $m_{i2}$ ) respectives à la phase de montée et à la phase de descente de la pression, nous effectuons une simplification des équations (4.5) et (4.6). Voici quelques définitions que nous utilisons par la suite.

$$\Delta t_1 = t_1 - t_n ;$$

$$\Delta t_2 = t_2 - t_1 ;$$

$$\Delta P_1 = P_1 - P_0 = P(t_1) - P(t_n) ;$$

$$\Delta P_2 = P_2 - P_1 = P(t_2) - P(t_1)$$

Dans une première étape de calcul, nous remplaçons ( $m_i$ ) par son expression et nous faisons une intégration par partie afin d'exprimer l'intégral en terme de pression. Après, nous simplifions les termes intégraux en pression. On obtient donc à l'aide des deux équations qui suivent les différentes masses  $m_{i1}$  et  $m_{i2}$ .

La masse  $m_{i1}$  est associée à la phase de montée de la pression.

$$m_{i1} = \rho_n * S * V_p * \Delta t_1 - \rho_n * \beta * \{ V_{res}(t_n) * \Delta P_1 - S * V_p * \Delta t_1 * P_1 \} \quad (4.7)$$

La masse  $m_{i2}$  est associée à la phase de descente de la pression.

$$m_{i2} = \rho_0 * S * V_p * \Delta t_2 - \rho_n * \beta * \{ V_{res}(t_1) * \Delta P_2 - S * V_p * \Delta t_2 * P_2 \} \quad (4.8)$$

Soient  $(\overline{m}_{i1})$  et  $(\overline{m}_{i2})$  les débits massiques moyens de sortie qui correspondent respectivement à la phase de montée et à la phase de descente de la pression. Ces débits sont exprimés de la façon suivante:

$$\overline{m}_{i1} = \frac{m_{i1}}{\Delta t_1} \quad \text{et} \quad \overline{m}_{i2} = \frac{m_{i2}}{\Delta t_2}.$$

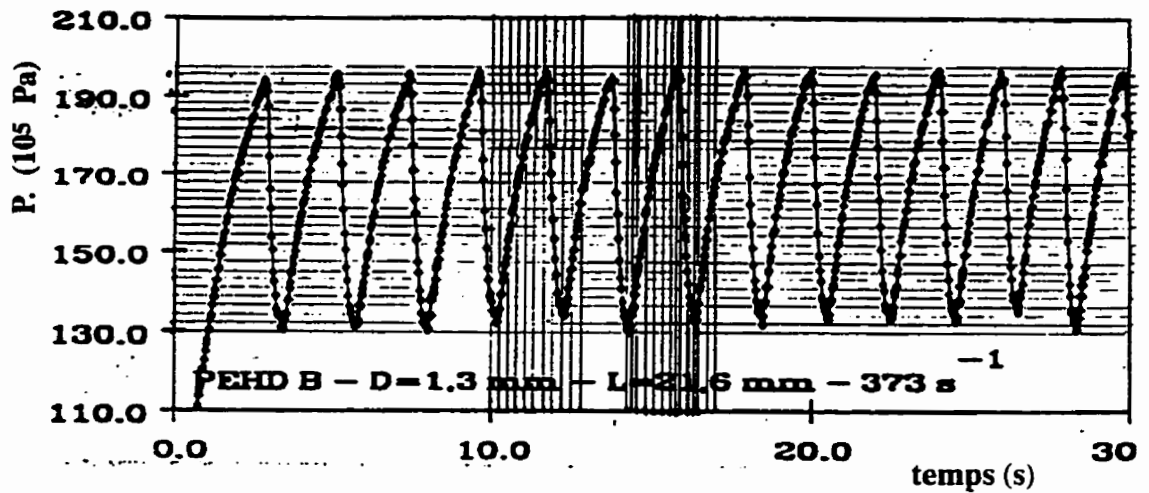
Le rapport en débit théorique est donné par cette expression:

$$\frac{(\overline{m}_{i2})}{(\overline{m}_{i1})} = \frac{S * V_p * (1 + \beta * P_2) - \beta * V_{res}(t_1) * \frac{JP_2}{\Delta t_2}}{S * V_p * (1 + \beta * P_1) - \beta * V_{res}(t_n) * \frac{JP_1}{\Delta t_1}} \quad (4.9)$$

#### ★ Les données de Durand.

Durand a extrudé des PEHD dans un rhéomètre de type rhéoplast à une température d'extrusion de 160 °C. Le réservoir a une longueur ( $L_{res}$ ) égale à  $4*10^{-2}$  m. Le diamètre du piston ( $D_p$ ) est égal à  $16*10^{-3}$  m. Le capillaire ayant  $1.3*10^{-3}$  m de diamètre ( $D_c$ ). Le coefficient de compressibilité ( $\beta$ ) étant de l'ordre de  $1.2*10^{-9}$  Pa<sup>-1</sup>. La figure 4.3 illustre un cycle d'oscillations de la pression enregistrées à un taux de cisaillement apparent ( $\dot{\gamma}_a$ ) égal à 373 s<sup>-1</sup>. Durand a remarqué que le débit volumique moyen de sortie passe de 64 mm<sup>3</sup>/s associé à la phase de montée à 460 mm<sup>3</sup>/s associé à la phase de descente. On obtient donc avec ces deux valeurs de débit un rapport  $(\frac{\overline{m}_{i2}}{\overline{m}_{i1}})$  de débit égal à 7.187.





**Figure 4.3 : Cycle d'oscillations de la pression du PEHD B à une température de 160 °C et avec une filière de diamètre égal à 1.3 mm et de longueur égale à 21.6 mm. ( Durand. 1993 )**

Nous utilisons l'équation (4.9) pour évaluer numériquement le rapport en débit théorique. Le piston se déplace à une vitesse constante. Une vitesse constante implique que la longueur du réservoir varie linéairement dans le temps. L'évolution de la longueur du réservoir dans le temps est alors décrite par cette relation:

$$L_{res}(t) = -4 * 10^{-4} t + 4 * 10^{-2}.$$

Les constantes de cette relation sont obtenues avec deux conditions. À l'instant initial la longueur du réservoir est égale à  $4 * 10^{-2}$  m. Le temps total de vidange du réservoir est égal au volume initial du réservoir divisé par le débit d'extrusion. Cette dernière relation nous permet d'évaluer le volume du réservoir à chaque instant.

La quantité  $(S * V_p)$  est égale au débit d'extrusion.  $(S * V_p)$  est déterminée à partir de la définition du taux de cisaillement apparent.

$$S * V_p = \frac{\pi * D_c^3 * \dot{\gamma}_a}{32}.$$

Nous avons considéré dans l'application de la méthode la septième oscillation du cycle d'oscillations représenté par la figure 4.3 .

$$t_o = 14.41 \text{ s.}$$

$$t_1 = 15.83 \text{ s.}$$

$$t_2 = 16.53 \text{ s}$$

$$P_o = P_2 = 130.22 * 10^5 \text{ Pa}$$

$$P_1 = 195.39 * 10^5 \text{ Pa.}$$

Nous obtenons un rapport des débits égal à 2.62 pour le milieu du cycle.

$$\frac{(\overline{m}_{i2})}{(\overline{m}_{i1})} = \frac{11 * 10^{-5} \text{ kg.s}^{-1}}{4.2 * 10^{-5} \text{ kg.s}^{-1}} = 2.62$$

**Remarque 2 :** Il est très important de remarquer que le rapport  $\frac{(\overline{m}_{i2})}{(\overline{m}_{i1})}$  dépend du volume du réservoir. En effet, au début du cycle des oscillations de la figure 4.3 , nous obtenons un rapport de débit égal à :  $\frac{(\overline{m}_{i2})}{(\overline{m}_{i1})} = \frac{13 * 10^{-5}}{3.3 * 10^{-5}} = 3.94$ .

À la fin du cycle le rapport de débit devient égal à :  $\frac{(\overline{m}_{i2})}{(\overline{m}_{i1})} = \frac{9.3 * 10^{-5}}{5.2 * 10^{-5}} = 1.79$ .

Nous ne pouvons pas commenter clairement la différence entre les débits expérimentaux rapportés par Durand (1993) et ceux obtenus théoriquement. En effet, dans un rhéoplast à système de fonctionnement hydraulique, il est difficile de contrôler le débit d'alimentation durant les oscillations de la pression.

#### ✪ Les données de Hatzikiriakos et Dealy

Le rhéomètre à débit imposé est de type " Instron". Le piston a un diamètre de l'ordre de  $10^{-2}$  m. Initialement, la longueur du réservoir est égale à 0.25 m. Le polymère extrudé est un PEHD de compressibilité d'ordre de  $9.923 * 10^{-10} \text{ Pa}^{-1}$ .

Nous allons comparer les sauts en débit expérimentaux et théoriques. Nous exploitons les résultats illustrés par les figures suivantes.

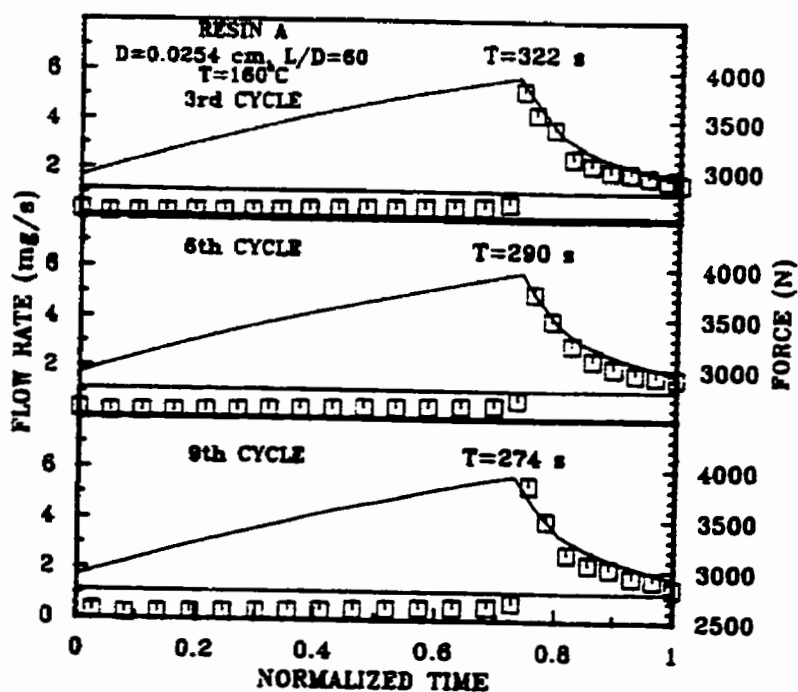


Figure 4.4 : Oscillations de la pression et saut en débit à un taux de cisaillement apparent égal à  $742\text{ s}^{-1}$ . (Hatzikiriakos et Dealy. 1992)

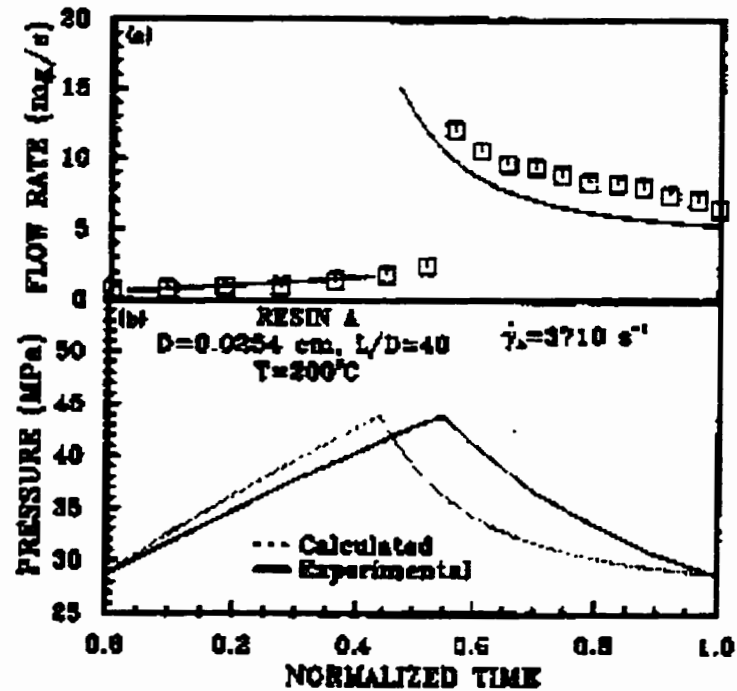


Figure 4.5 : Oscillations de la pression et saut en débit à un taux de cisaillement apparent égal à  $3710 \text{ s}^{-1}$ . (Hatzikiriakos et Dealy. 1992)

Nous montrons la méthode d'évaluation des débits massiques moyens à partir des données expérimentales de Hatzikiriakos et Dealy (1992). Les débits massiques associés respectivement à la montée et à la descente de la pression sont présentés en fonction du temps ( figure 4.4 et 4.5 ). Nous obtenons les débits massiques moyens selon ces deux relations:

pour la montée de pression on a:

$$\bar{m}_{i1} = \frac{\sum \dot{m}_{i1}(t_i) * \Delta t_i}{\sum \Delta t_i} \quad (4.10)$$

pour la descente de la pression on a:

$$\bar{m}_{i2} = \frac{\sum \dot{m}_{i2}(t_i) * \Delta t_i}{\sum \Delta t_i} \quad (4.11)$$

Les différents résultats de calcul sont présentés au tableau suivant.

**Tableau 4.1 : Le saut en débit expérimental et théorique pour les données de Hatzikiriakos et Dealy. (1992)**

$\gamma_{ap.}$ (s <sup>-1</sup> )	T (°C)	L/D	$L_{res}(t_0)$ (m)	Période d'oscillation. (s)	rapport de débits théoriques	rapport de débits ex- périmentaux
742	160	60	0.223	322	11	7.85
			0.19	290	9.8	
			0.182	274	9.4	
3710	200	40	0.23	115	5.7	4.23
			0.20	100	5.7	
			0.14	75	4.8	

Un fait expérimental concernant l'évolution du saut en débit expérimental durant la diminution du volume de réservoir a attiré notre attention. Nous ne trouvons pas d'information sur le volume du réservoir correspondant au saut de débit signalé par Durand. On peut déduire du résultat expérimental ( figure 4.6 ) que le saut en débit observé ne décroît pas au long de la décroissance du volume du réservoir. Pareillement, le saut en débit expérimental dans les travaux de Hatzikiriakos et Dealy (1992) demeure constant durant la diminution du volume de réservoir (figure 4.7 ). D'après les résultats expérimentaux illustrés par les figures 4.6 et 4.7 le saut en débit expérimental est indépendant du volume du réservoir. Alors que la méthode théorique de calcul montre une décroissance du rapport de débit avec la diminution du volume du réservoir.

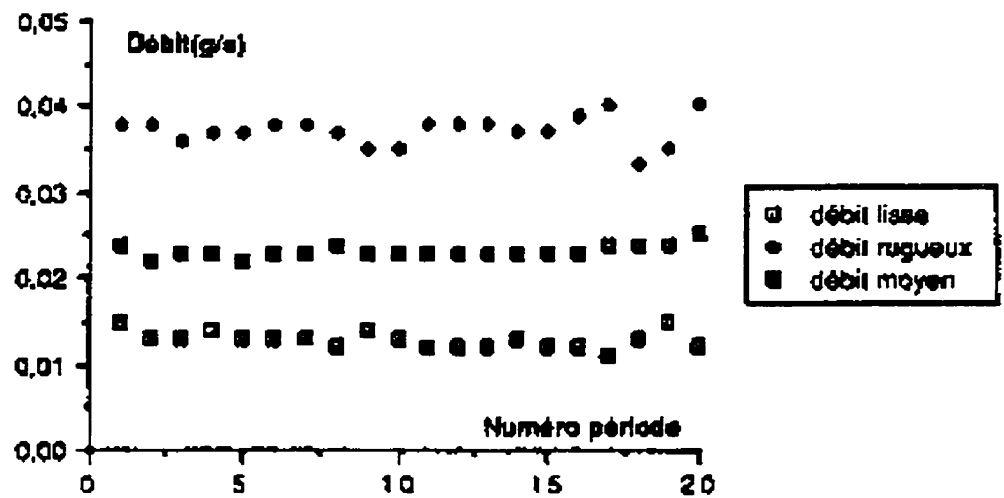


Figure 4.6 : Quantification des débits sur une période totale et sur les deux phases de compression et décompression par pesée des séquences morphologiques de l'extrudat ( Durand. 1993)

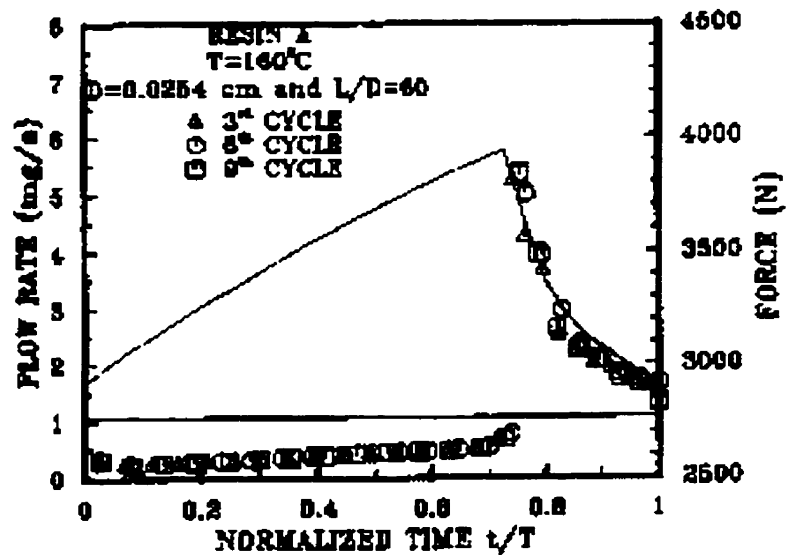


Figure 4.7 : Pression et débit massique versus temps normalisé  $t/T$ .  
T: période des oscillations. (Hatzikiriakos et Dealy (1992)

Nous n'avons pas utilisé plusieurs résultats expérimentaux pour comparer les évaluations théoriques et expérimentales du rapport des débits. Une comparaison des débits expérimental et théorique sera bien faite lorsque plusieurs filières de rapport ( $L/D$ ) variable seront utilisées. En dépit de cette lacune, nous concluons sur la base des résultats obtenus que le modèle de la compressibilité prévoit un saut en débit peu différent de celui observé durant l'expérience.

On peut dire que l'effet de la géométrie sur les oscillations apparaît par l'intermédiaire du terme de pression dans les deux équations (4.7) et (4.8). On sait que la pression dans le réservoir dépend de la longueur et du diamètre du capillaire. Nous allons démontrer que les deux équations mentionnées ci-avant sont indépendantes de la géométrie de la filière. Les deux équations (4.7) et (4.8) demeurent valides même en cas d'un débit nul à la sortie de la filière. Par ailleurs l'une ou l'autre des deux équations pourra être utilisée pour déterminer le coefficient de compressibilité. Dauvergne (1993) et Durand (1993) ont utilisé des rhéomètres capillaires pour évaluer la compressibilité respectivement de certains adhésifs et des PEHD. Ces auteurs ont signalé que la pression évolue dans le temps avant d'atteindre un état d'équilibre stable. D'un autre côté les travaux consacrés à l'étude de l'instabilité de l'écoulement oscillatoire révèlent la dépendance des oscillations et du rapport ( $L/D$ ) de la filière et leur absence quand le rapport ( $L/D$ ) est petit. Devant les faits expérimentaux mentionnés ci-dessus nous déduisons que les équations (4.7) et (4.8) ne contiennent pas un terme qui puisse inclure l'effet de la géométrie de la filière. Finalement, cette analyse soulève une ambiguïté à propos de la définition de la compressibilité dans l'écoulement des polymères viscoélastiques.

## 4.4 Quantification de l'effet de la compressibilité sur les oscillations dans une extrudeuse

Dans cette section nous exploitons les résultats expérimentaux obtenus sur une extrudeuse monovis pour compléter notre étude sur l'effet de la compressibilité dans l'instabilité de l'écoulement oscillatoire. Nous considérons dans la première étape du développement ultérieur des hypothèses principales pour l'évaluation numérique du saut en débit observé durant l'instabilité de l'écoulement oscillatoire. Dans la deuxième étape nous validons les hypothèses de calcul considérées par les résultats expérimentaux, puis par une analyse basée sur les principes de fonctionnement de la vis extrudeuse.

### 4.4.1 Évaluation du saut en débit

Nous utilisons le même modèle de compressibilité décrit par l'équation (4.2). L'extrudeuse est considérée comme un système ouvert. Le débit d'alimentation est contrôlé par le RPM, la température et le polymère. Le gradient de pression en amont de l'entrée de la filière est négligeable. L'écoulement dans le réservoir est assimilé à un écoulement type piston ( ceci est bien justifié par l'expérience ). Les propriétés physico-chimiques du polymère fondu sont supposées constantes durant l'écoulement. L'objet de la première hypothèse principale tient à supposer un débit massique ( $\overline{m}_e$ ) constant dans le temps à l'entrée du réservoir. Ce débit ( $\overline{m}_e$ ) ne dépend que des conditions opératoires. La deuxième hypothèse consiste à limiter dans notre développement le volume de compression à celui du réservoir. Le bilan de matière effectué sur l'entrée et la sortie du réservoir est représenté par l'équation suivante:

$$\dot{m}_e - \dot{m}_s = \rho_o \beta V_{res} \frac{dP}{dt} \quad (4.12)$$

Nous répétons le même raisonnement déjà présenté dans la section (4.3.1). Nous appliquons l'équation (4.12) aux deux phases d'une oscillation de la pression. Nous



obtenons donc, durant la phase de montée de la pression s'étalant sur le temps  $(t_1 - t_0)$ , un débit massique moyen  $(\overline{m}_{,1})$ :

$$\overline{m}_{,1} = \overline{m}_e - \rho_a \beta V_{res} \left( \frac{\Delta P}{\Delta t} \right)_1 \quad (4.13)$$

Et un débit massique moyen  $(\overline{m}_{,2})$  durant la phase de descente de la pression s'étalant sur le temps  $(t_2 - t_1)$ :

$$\overline{m}_{,2} = \overline{m}_e - \rho_a \beta V_{res} \left( \frac{\Delta P}{\Delta t} \right)_2 \quad (4.14)$$

Étant donné que  $\overline{m}_e$  n'est pas connu à priori, nous soustrayons l'équation (4.14) de celle (4.13) pour avoir le saut en débit. Le saut en débit est égal à la quantité suivante:

$$\overline{m}_{,2} - \overline{m}_{,1} = \rho_a \beta V_{res} \left( \frac{\Delta P_1}{\Delta t_1} - \frac{\Delta P_2}{\Delta t_2} \right) \quad (4.15)$$

Avant d'évaluer numériquement le saut en débit, nous expliquons notre méthode de mesure des débits durant les oscillations. La différence de couleur de l'extrudat pendant la montée et la descente de la pression ( figure 3.4 ) nous permet de ramasser des masses qui correspondent aux nombreuses montées et descentes de la pression. Le temps des oscillations est directement enregistré par le système d'acquisition de données. Nous avons séparé les masses qui correspondent respectivement à la montée et à la descente de la pression, puisque nous avons une discontinuité nette de la couleur et de la taille du film extrudé.

Nous comparons ensuite le saut en débit évalué lors de l'expérience et celui calculé par le modèle de la compressibilité. Les données nécessaires pour l'application sont fournies aux tableaux 3.4 et 3.5 du chapitre précédent.

Pour une démonstration de calcul, nous prenons le réservoir de longueur égale à 5 pouces et la filière de diamètre 1.3 mm. On a d'après le tableau 3.4 :

$$\Delta t_1 = 16.84s;$$

$$\Delta t_2 = 11.64s;$$

$$\Delta P_1 = -\Delta P_2 = 8.61 * 10^6 Pa.$$

Par estimation, nous prenons:  $\beta = 1.5 * 10^{-9} Pa^{-1}$  et  $\rho_o = 800 kg.m^{-3}$ .

Le diamètre du réservoir est égal à 2.54 cm. Nous substituons ces grandeurs dans l'équation (4.15). On obtient alors la valeur du saut en débit:

$$\overline{m}_{i2} - \overline{m}_{i1} = 9 * 10^{-5} kg.s^{-1}.$$

Nous reportons les résultats de calcul du saut en débit pour les deux polymères au tableau 4.2 .

**Tableau 4.2 : Le saut en débit expérimental et théorique pour le PEHD 12165 et le PEHD 16A ( volume du réservoir est égal à 5 pouces ).**

PEHD 12165	filière: D=1.3 mm	filière: D=1.6 mm	filière: D= 2mm
RPM (1/mn)	7.5	20	33.5
saut en débit expérimental ( $10^{-5}$ kg.s <sup>-1</sup> )	18.2	36.2	45.2
saut en débit calculé (équation : (4.15) ), ( $10^{-5}$ kg.s <sup>-1</sup> )	9	24.3	38.2
expérience/modèle	2.022	1.491	1.183
PEHD 16A		filière: D=1.6 mm	filière: D= 2mm
RPM (1/mn)		6	10
saut en débit expérimental ( $10^{-5}$ kg.s <sup>-1</sup> )		18.2	41.0
saut en débit calculé (équation : (4.15) ), ( $10^{-5}$ kg.s <sup>-1</sup> )		12.8	28.5
expérience/modèle		1.42	1.44

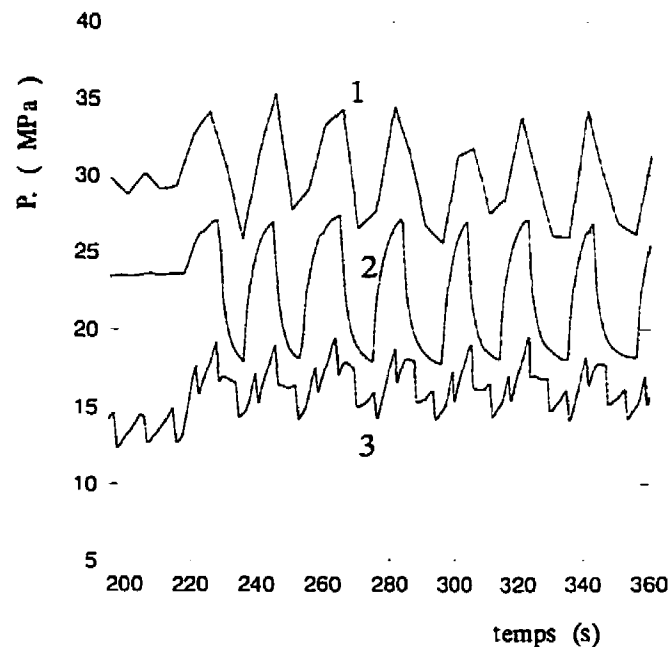
**Tableau 4.3 : Le saut en débit expérimental et théorique pour le PEHD 12165 (volume du réservoir est égal à 3 pouces ).**

PEHD 12165	filière: D=1.3 mm	filière: D=1.6 mm	filière: D= 2mm
RPM	7.5	20	33.5
saut en débit expérimental ( $10^{-5}$ kg.s <sup>-1</sup> )	14.23	30.23	38.25
saut en débit calculé (équation : (4.15) ), ( $10^{-5}$ kg.s <sup>-1</sup> )	5.69	12.73	22.34
expérience/modèle	4.00	2.3737	1.712

Malgré l'incohérence de certaines hypothèses introduites à des fins de calcul, il est insuffisant de supposer d'après les résultats recueillis dans le tableau 4.2 que le saut en débit est dû à l'effet unique de la compressibilité du polymère.

#### 4.4.2 Validation des hypothèses de calcul

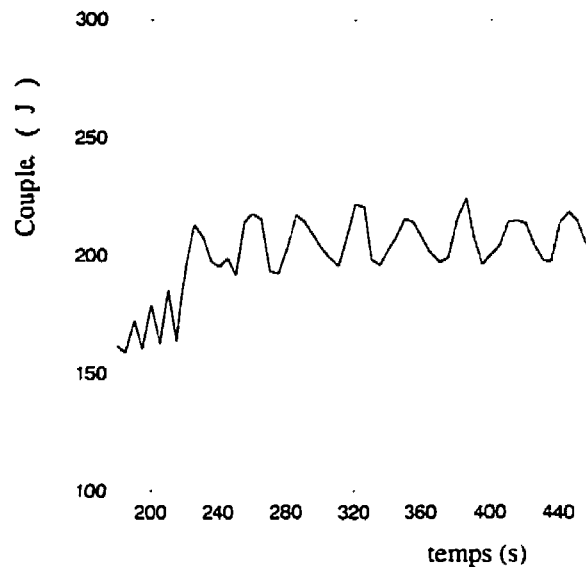
Nous montrons que la supposition qui tient à égaliser le débit massique moyen à l'entrée du réservoir obtenu durant une montée de la pression à celui de la descente est non justifiable. Nous avons capté la pression en différentes positions de l'amont du réservoir. Les oscillations de la pression du PEHD 12165 et du PEHD 16A sont observées dans le réservoir, dans l'adaptateur et dans la zone de pompage près de la fin de la vis extrudeuse. À 36 cm de la fin de la vis, les oscillations sont observées pour le PEHD 16A. Elles ne sont pas évidentes pour le PEHD 12165. En fait on ne peut pas remarquer une différence d'oscillations de la pression enregistrée durant et après les instabilités du PEHD 12165 comme celles du PEHD 16A. Dans le cas du PEHD 16A les oscillations de la pression à 36 cm de la fin de la vis sont synchronisées avec celles observées dans le réservoir. Les fluctuations enregistrées de la pression en différentes positions de la vis sont reportées sur la figure 4.8 .



**Figure 4.8 : Oscillations de la pression enregistrées en différentes positions de la vis. PEHD 16A .  $T=206^{\circ}\text{C}$ .  $D=2\text{mm}$ .  $L/D=24$ . 1–Pression à la fin de la vis. 2– Pression dans le réservoir. 3– Pression à 36 cm de la fin de la vis**  
( la valeur exacte de la pression (3) est celle présentée par cette figure + 0.5 MPa )

Afin de s'assurer que les fluctuations enregistrées de la pression en dehors du réservoir ne sont pas dues au mouvement hélicoïdal de la vis, nous avons comparé le comportement des pressions enregistrées durant l'instabilité de l'écoulement oscillatoire et en dehors de cette dernière. Avant et après l'écoulement oscillatoire, les pressions en différentes positions de la vis montent et descendent en forme de dents de scie et ont une amplitude faible. On peut voir par exemple sur la figure 4.8 le comportement qui arrive avant l'instabilité de l'écoulement oscillatoire pour un temps inférieur à 220 s. Au cours de l'écoulement oscillatoire ( à partir d'un temps supérieur à 220 s de la figure 4.8 ) la forme des dents de scie n'est plus observée et l'amplitude d'oscillations est nettement plus grande que celle observée en dehors des oscillations.

Les différentes oscillations qui sont illustrées par la figure 4.8 reflètent une propagation de ces dernières dans toutes les zones de l'écoulement dans l'extrudeuse. Un autre aspect des oscillations est celui du mouvement non ordinaire du couple exercé sur la vis ( figure 4.9 ).



**Figure 4.9 : Oscillations du couple exercé sur la vis extrudeuse.  
PEHD 16A. T=206 °C. D=2 mm. L/D=24**

Nous allons expliquer la variation du débit imposé par la vis au moyen de quelques observations expérimentales. Le mouvement oscillatoire du couple montre que le débit imposé par la vis est non constant, pourtant la vitesse de rotation ( RPM ) de la vis est fixée à une valeur unique. On peut constater donc, que le débit d'entrée associé à la montée de la pression, n'est pas égal à celui associé à la descente de la pression. Cette constatation est bien confirmée par le résultat suivant: lorsque nous représentons les points  $(\frac{\overline{m}_{r1}}{RPS}, P_c)$  et  $(\frac{\overline{m}_{r2}}{RPS}, P_c)$  sur la courbe caractéristique de la vis ( figure 3.21 ), le point  $(\frac{\overline{m}_{r1}}{RPS}, P_c)$  appartient à la première branche de la courbe alors que le point  $(\frac{\overline{m}_{r2}}{RPS}, P_c)$  appartient à la deuxième branche de la même courbe.

En bref, le débit à l'entrée du réservoir imposé pendant la montée de la pression est inférieur à celui imposé pendant la descente de la pression. Le volume de compression ne peut pas être limité seulement à celui du réservoir. Par conséquent, si on suppose que la compressibilité intervient dans l'instabilité de l'écoulement oscillatoire, il nous semble qu'il est difficile de quantifier exactement son effet.

## 4.5 Conclusion

Dans ce chapitre, les méthodes analytiques et expérimentales sont introduites pour examiner l'effet de la compressibilité dans l'instabilité de l'écoulement oscillatoire. Plus précisément les méthodes d'analyse sont basées sur un modèle linéaire de compressibilité. Les méthodes sont utilisées pour évaluer exactement le saut en débit observé dans l'écoulement des PEHD dans un rhéomètre à débit imposé. Le saut en débit expérimental calculé à partir des résultats expérimentaux publiés par Hatzikiriakos et Dealy (1992) est inférieur à celui évalué théoriquement. Nous ne pouvons pas expliquer correctement la différence obtenue en valeur entre les débits expérimental et théorique parce que nous n'avons pas une indication claire sur le degré de précision des résultats dans les travaux de ces auteurs. Le saut en débit théorique est différent de celui déjà observé expérimentalement par Durand (1993). Nous rappelons que Durand (1993) a utilisé un rhéomètre de type rhéoplast. En effet, la valeur élevée du saut en débit expérimental signalé par Durand est peut être due à un mauvais contrôle du débit dans ce type de rhéomètre. Par ailleurs, le saut en débit théorique varie avec le volume du réservoir; par contre le saut en débit expérimental rapporté par Hatzikiriakos et Dealy (1992) et Durand (1993) demeure constant. Pareillement le saut en débit est approximativement quantifié dans les travaux effectués sur une extrudeuse monovis. Nous avons une difficulté d'évaluer exactement le débit d'alimentation dans l'extrudeuse et le volume réel occupé par le

polymère durant une phase de compression. Par conséquent, nous avons introduit des hypothèses pour faire du calcul de saut en débit. Les nombreux résultats de calcul montrent l'effet important de la compressibilité sur la variation des débits durant les oscillations.



## **CHAPITRE 5**

### **REVUE DE QUELQUES TRAVAUX DE MODÉLISATION SUR LE GLISSEMENT**

#### **5.1 Introduction**

La revue des mécanismes contrôlant les défauts observés durant l'écoulement des polymères dégage une tendance générale à considérer le glissement comme une hypothèse valable pour toutes les catégories d'instabilités. La compressibilité est spécifique à l'instabilité de l'écoulement oscillatoire. L'effet de la compressibilité sur le débit a été rigoureusement analysé dans le chapitre précédent. Nous nous intéressons dans ce chapitre à l'étude théorique du glissement, en particulier à valider le modèle de glissement développé par Hatzikiriakos et Dealy (1992) et reproduire les résultats de simulation numérique publiés par Georgios et Crochet (1994). Une discussion de quelques concepts utilisés dans la modélisation des oscillations sera également présentée.

#### **5.2 Analyse du travail de modélisation réalisé par Hatzikiriakos et Dealy (1992)**

Dans un article publié dans la revue 'Journal of rheology', mai (1992), Hatzikiriakos et Dealy présentent le développement d'un modèle de l'écoulement instable de polyéthylènes à haute densité. Le modèle se base sur une condition de compressibilité dans le réservoir et d'une condition de glissement du polymère à la paroi du capillaire. La technique de base utilisée par les auteurs pour calculer la vitesse de glissement est celle de Mooney. L'expression de la vitesse du glissement développée tient compte des effets de la température, d'élasticité, de la pression et de la distribution moléculaire. Afin de tester

la consistance de ce modèle de glissement, les auteurs analysent l'écoulement dans le capillaire en considérant l'hypothèse de l'écoulement rampant et que le modèle du vitesse de glissement, la pression et la contrainte de cisaillement dépendent de la position sur le capillaire rampant et compressible. Ils résolvent un système composé de l'équation de mouvement, l'équation de conservation de la matière par la méthode des éléments finis. Notre résolution du même système d'équations avec une condition de pression nulle à la sortie du capillaire donne des résultats contradictoires avec ceux obtenus par les auteurs.

### 5.2.1 Les prédictions du modèle pour l'écoulement stationnaire dans le capillaire

#### □ La procédure de résolution

Dans le développement ultérieur nous montrons qu'on ramène les équations résolues par les auteurs avec la méthode des éléments finis en un système de deux équations différentielles d'ordre un dont les inconnues sont la contrainte de cisaillement à la paroi ( $\sigma_w$ ) et la pression ( $P$ ). Ce système d'équations est résolu par une méthode numérique basée sur l'algorithme de Runge Kutta. La méthode de Newton est appliquée pour trouver la condition initiale sur la contrainte de cisaillement à la paroi sachant qu'on connaît la condition initiale sur la pression. Dans une première étape, les auteurs lient la contrainte de cisaillement normale ( $\sigma_n$ ) à la pression et aux différences des contraintes normales  $N_1$  et  $N_2$  par la relation suivante:

$$\sigma_n = P + 1/3 (N_1 - N_2) \quad (5.1)$$

Ils ont utilisé des résultats abondants dans la littérature pour exprimer les différences des contraintes normales selon les relations suivantes:

$$N_2 = -\frac{N_1}{4}, \text{ et } N_1 = 10\sigma_w \quad (5.2)$$

Enfin, ils ont lié la contrainte de cisaillement normale à la pression et à la contrainte de cisaillement à la paroi selon la relation suivante:

$$\sigma_n = P + \frac{50}{12}\sigma_w \quad (5.3)$$

Dans la deuxième étape de calcul, les auteurs ont simplifié l'équation de mouvement en supposant que les termes d'inertie et de gravité sont négligeables. L'équation de mouvement est donc réduite à cette forme:

$$\sigma_w = -\left(\frac{R}{2}\right)\frac{dP}{dz} + \left(\frac{35R}{18}\right)\frac{d\sigma_w}{dz} \quad (5.4)$$

L'équation de conservation de la matière pour un fluide compressible s'écrit donc:

$$\frac{\dot{m}}{\rho_o(1 + \beta P(z))} = \pi R^2 V_w(z) + \pi R^3 \left(\frac{n}{3n+1}\right) \left(\frac{\sigma_w(z)}{K}\right)^{\frac{1}{n}} \quad (5.5)$$

Dans la troisième étape, les auteurs résolvent les équations (5.5), (5.4) et (5.3) avec le modèle de glissement (5.6) pour l'écoulement du polymère dans un capillaire.

$$V_w = \zeta_o f_1(T) \left[1 - c_2 \tan\left(\frac{E + \frac{c_2 \sigma_n}{R_\epsilon T}}{R_\epsilon T}\right)\right] \left(\frac{\sigma_w}{\sigma_{c1} I^{1/4}}\right)^m \quad (5.6)$$

Nous allons rassembler les équations (5.4), (5.3), (5.6) et (5.5) dans une forme de système afin de faciliter la compréhension de la suite de nos calculs. On obtient donc le système suivant d'équations.

$$V_w = \zeta_o f_1(T) \left[1 - c_2 \tan\left(\frac{E + \frac{c_2 \sigma_n}{R_\epsilon T}}{R_\epsilon T}\right)\right] \left(\frac{\sigma_w}{\sigma_{c1} I^{1/4}}\right)^m \quad (5.7)$$

$$\sigma_n = P + \frac{50}{12}\sigma_w \quad (5.8)$$

$$\sigma_w = -\frac{R}{2}\frac{dP}{dz} + \frac{35}{18R}\frac{d\sigma_w}{dz} \quad (5.9)$$

$$\frac{\dot{m}}{\rho_o(1 + \beta P(z))} = \pi R^2 V_w(z) + \pi R^3 \left(\frac{n}{3n+1}\right) \left(\frac{\sigma_w(z)}{K}\right)^{\frac{1}{n}} \quad (5.10)$$

Avant de présenter notre méthode de résolution des équations, nous allons effectuer quelques simplifications. On substitue (5.8) dans (5.7) puis on remplace (5.7) dans (5.10). Alors l'équation (5.10) est réécrite sous forme de l'équation (5.11).

$$\frac{m}{\rho_n(1 + \beta P)} - \pi R^3 \left( \frac{n}{3n + 1} \right) \left( \frac{\sigma_w}{K} \right)^{\frac{1}{n}} = \pi R^2 \zeta_n f_1(T) \left[ 1 - c_2 \lg \left( \frac{E + \frac{c_3 P - \frac{50}{12} \sigma_w}{\sigma_w}}{R_e T} \right) \right] \left( \frac{\sigma_w}{\sigma_{c1} I_3^{\frac{1}{2}}} \right)^m \quad (5.11)$$

On dérive (5.11) par rapport à  $z$  dont les variables sont la pression et la contrainte de cisaillement à la paroi.

$$\begin{aligned} & - \frac{\beta m}{\rho_n(1 + \beta P)^2} \frac{dP}{dz} - \pi R^3 \frac{n}{3n + 1} \frac{1}{nK} \left( \frac{\sigma_w}{K} \right)^{\frac{1}{n} - 1} \frac{d\sigma_w}{dz} = \\ & \pi R^2 \zeta_n f_1(T) \left[ 1 - c_2 \lg \left( \frac{E + \frac{c_3 P - \frac{50}{12} \sigma_w}{\sigma_w}}{R_e T} \right) \right] * \frac{m}{\sigma_{c1} I_3^{\frac{1}{2}}} \left( \frac{\sigma_w}{\sigma_{c1} I_3^{\frac{1}{2}}} \right)^{m-1} \frac{d\sigma_w}{dz} + \pi R^2 \left( \frac{\sigma_w}{\sigma_{c1} I_3^{\frac{1}{2}}} \right)^m * \zeta_n f_1(T) \left[ - \frac{c_2}{\left[ \cosh \left( \frac{E - \frac{c_3 P - \frac{50}{12} \sigma_w}{\sigma_w}}{R_e T} \right) \right]^2} \right. \\ & \left. * \left\{ \frac{c_3}{\sigma_w R_e T} \frac{dP}{dz} - \frac{c_3 P}{\sigma_w^2 R_e T} \frac{d\sigma_w}{dz} \right\} \right] \end{aligned} \quad (5.12)$$

Le système d'équations (5.9) et (5.12) contient en particulier les inconnues  $\left( \frac{dP}{dz} \right)$  et  $\left( \frac{d\sigma_w}{dz} \right)$ .

Alors nous résolvons le système d'équations (5.9) et (5.12) pour avoir les inconnues  $\left( \frac{dP}{dz} \right)$  et  $\left( \frac{d\sigma_w}{dz} \right)$ .

Dans une première étape on résout ce système pour avoir des expressions explicites de  $\left( \frac{dP}{dz} \right)$  et  $\left( \frac{d\sigma_w}{dz} \right)$ , sous la forme suivante: (S)

$$\frac{d\sigma_w}{dz} = f(\sigma_w, P) \quad (5.13)$$

$$\frac{dP}{dz} = g(\sigma_w, P) \quad (5.14)$$

Les expressions algébriques des fonctions  $f$  et  $g$  du système (S) sont les suivantes:

$$f(\sigma_w, P) = [18/(35R)] * \sigma_w * [f1 + f2]/[f1 + f2 - 9/35 * (f3 * (f4 + f5) + f6)] \quad (5.15)$$

$$g(\sigma_w, P) = [18/(35R)] * [f7 * (f4 + f5) + f8]/[f1 + f2 - 9/35 * (f3 * (f4 + f5) + f6)] \quad (5.16)$$

les fonctions f1, f2, f3, f4, f5, f6, f7 et f8 sont égales aux expressions suivantes:

$$f1 = -\dot{m}_p * \beta / (\rho_o(1 + \beta P))^2$$

$$f2 = \pi * R^2 * \zeta_o f_1(T) * c_2 * c_3 / (R_e * T) * \sigma_w^{m-1} * (\sigma_{ci} I^{1/4}) - \\ m * 1 / (\cosh([E + c_3(50/12 + P/\sigma_w)] / (R_e * T))^2)$$

$$f3 = \pi * R^2 * \zeta_o * f_1(T) * \sigma_w^{m-2} * (\sigma_{ci} I^{1/4})^{-m}$$

$$f4 = m * \sigma_w * (1 - c_2 * \tanh([E + c_3(50/12 + P/\sigma_w)] / (R_e * T)))$$

$$f5 = c_2 * c_3 / (R_e * T) * P * 1 / (\cosh([E + c_3(50/12 + P/\sigma_w)] / (R_e * T))^2)$$

$$f6 = \pi * R^3 * 1 / (1 + 3n) * K^{-1/n} * \sigma_w^{1/n-1}$$

$$f7 = \pi * R * \zeta_o * f_1(T) * \sigma_w^{m-1} * (\sigma_{ci} I^{1/4})^{-m}$$

$$f8 = \pi * R^3 * 1 / (1 + 3n) * (\sigma_w / K)^{1/n}$$

$\dot{m}_p = \pi R^3 \dot{\gamma} \rho_o / 4$  : C'est le débit massique calculé à partir de la vitesse de déplacement du piston.

Et en une deuxième étape on résout (S) par une méthode numérique de Runge Kutta avec la condition initiale sur la pression et sur la contrainte de cisaillement à la paroi à la sortie du capillaire.

$$(CI), \quad P=0 \text{ pour } Z=L$$

La condition initiale sur la contrainte  $\sigma_w$  est déduite par une résolution numérique à l'aide de la méthode de Newton appliquée à l'équation (5.10) dans laquelle on a remplacé la pression par sa valeur nulle selon (CI).

#### □ Applications

On reprend les constantes numériques ainsi présentées dans l'article par les auteurs pour comparer les illustrations.

les constantes du modèle de la vitesse du glissement sont:

$$m = 3.23, \quad \xi_a = 0.1078 \text{ m/s}, \quad \log(f_1(T)) = \frac{c_1^1(T - T_{ref})(T - T_{ref})}{c_2^1 + (T - T_{ref})}: \text{ type WLF équation.}$$

$$c_1^1 = 2.552, \quad c_2^1 = 83.61 \text{ K}, \quad T_{ref} = 140 \text{ }^\circ\text{C}, \quad c_2 = 0.987, \quad \sigma_{c1} = 0.09 \text{ MPa}$$

$$c_3 = 15.5 \text{ cal/g mol}, \quad E = 1238 \text{ cal/g mol}, \quad Rg = 1.987 \text{ cal/g mol K}$$

$$l = 9.4.$$

Les paramètres de la loi de puissance sont:

$$n = 0.44, \quad m = 0.0178 \text{ MPa.s}^n.$$

Les paramètres du modèle de compressibilité sont :

$$\rho_a = 807.5 \text{ kg/m}^3, \quad \beta = 9.923 \cdot 10^{-4} \text{ MPa}^{-1}.$$

On reprend les mêmes paramètres de l'expérience comme ceux de l'article.

Le taux de cisaillement apparent =  $549 \text{ s}^{-1}$

Le rapport de  $L/D$  = 100

La longueur de capillaire = 7.62 cm

La température de l'expérience =  $180 \text{ }^\circ\text{C}$

□ Les résultats donnés par les auteurs

Les auteurs ont illustré leurs résultats de calcul par la figure suivante:

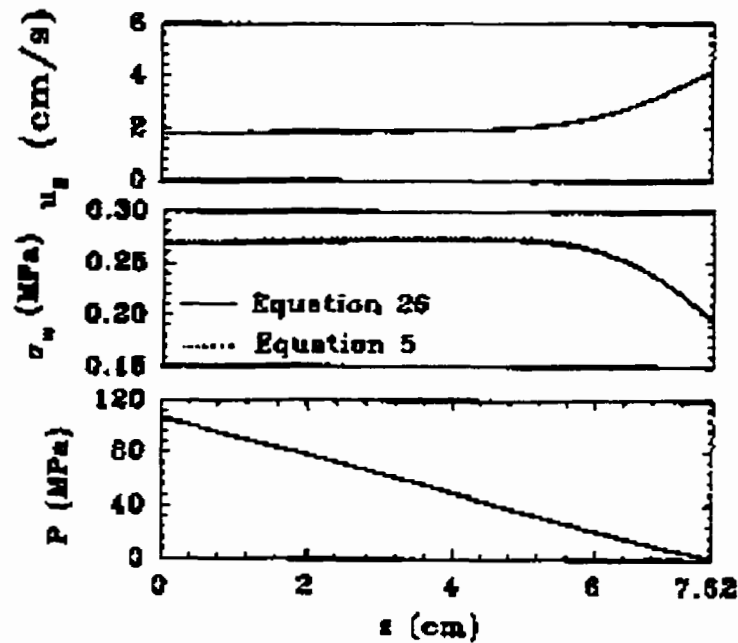


Figure 5.1 : Vitesse de glissement, contrainte de cisaillement à la paroi et pression versus la distance axiale du capillaire. PEHD A à un taux de cisaillement apparent égal à 549 1/s. ( Hatzikiriakos et Dealy. 1992 )

En premier lieu nous avons résolu (S) en reprenant à l'entrée du capillaire les mêmes valeurs de la pression et de la contrainte que celles trouvées par les auteurs .

$$P = 106.2 \text{ MPa} \quad , \quad \sigma_w = 0.2655 \text{ MPa} \quad (\text{voir figure 5.1})$$

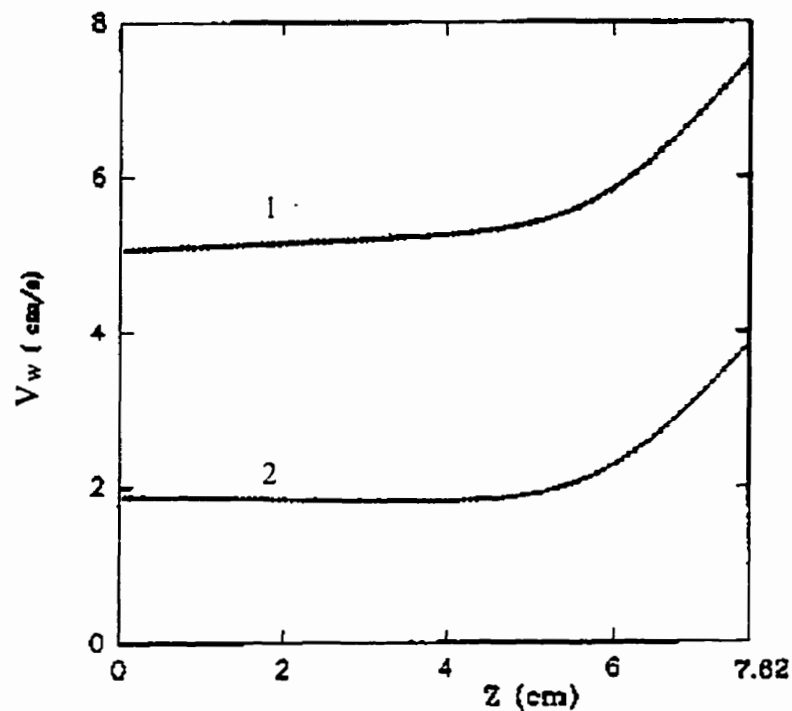
On observe que les auteurs utilisent leur modèle de vitesse du glissement uniquement dans le but d'avoir une allure de la pression, de la contrainte de cisaillement à la paroi et de la vitesse du glissement. La vitesse de glissement présentée ( figure 5.1 ) est obtenue avec la technique de Mooney (équation (5.17) ).

$$V_w = \frac{D}{8} \left\{ \dot{\gamma}_{ap.} - \left( \frac{4n}{3n+1} \right) \left( \frac{\sigma_w}{K} \right)^{\frac{1}{n}} \right\} \quad (5.17)$$

$n = 0.44$ .  $K = 0.0178 \text{ MPa s}^n$  et  $\sigma_w$  est la contrainte de cisaillement à la paroi obtenue après résolution du système (S).

L'équation (5.17) est elle même l'équation 9 de la page 715 de l'article.

La vitesse de glissement obtenue avec le modèle (équation (5.7) ) est supérieure à celle évaluée par la technique de Mooney (5.17). Le résultat de notre calcul de la vitesse de glissement est présenté à la figure 5.2 . La figure 5.2 contient la vitesse de glissement du modèle ( équation (5.7) ) et celle ( équation (5.17) ) corrélée par la technique de Mooney.

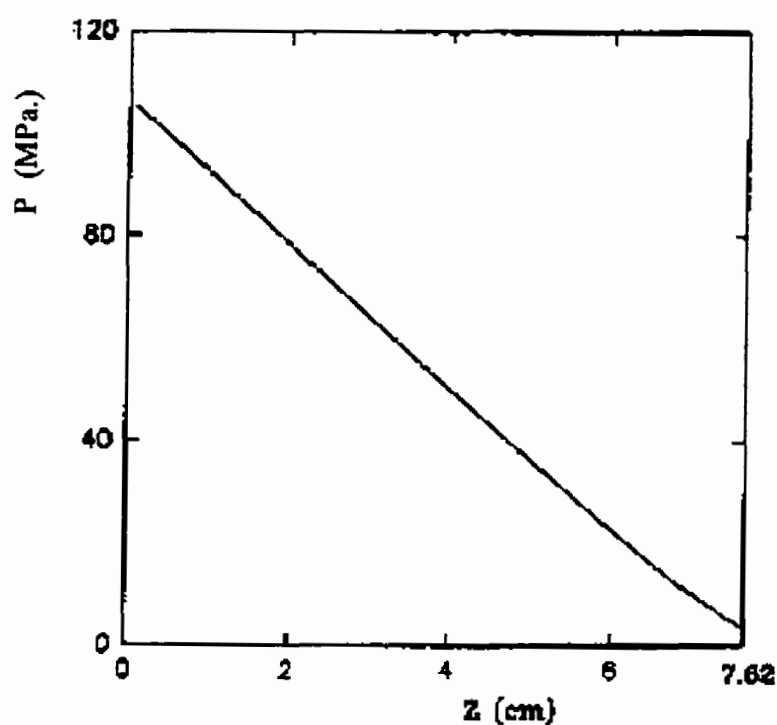


**Figure 5.2 : Vitesse de glissement versus la distance axiale du capillaire. Les conditions à l'entrée du capillaire sont les mêmes que celles considérées dans la figure (5.1). 1: équation (5.7). 2: équation (5.17).**

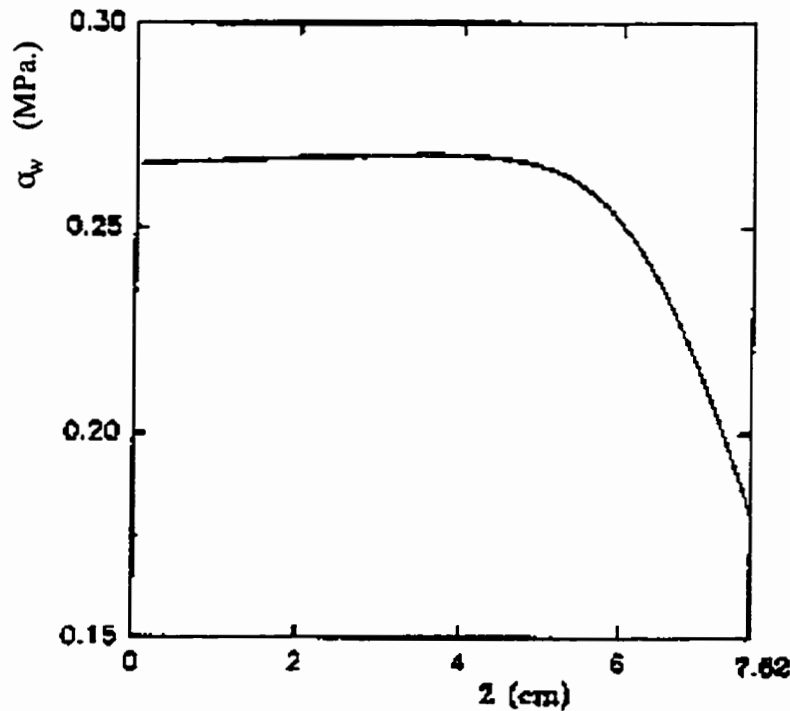
On note même qu'avec cette expression la pression à la sortie du capillaire est égale 3 MPa. au lieu d'être nulle ( figure 5.3 ). On conclut donc que la vitesse de glissement représentée



par les auteurs dans la figure (5.1) est obtenue par l'expression 5.17. Nous rappelons que l'équation 5.17 est différente de l'équation 5.7.



**Figure 5.3 : Pression versus la distance axiale du capillaire. Les conditions à l'entrée du capillaire sont les mêmes que celles considérées dans la figure 5.1.**



**Figure 5.4 : Contrainte de cisaillement à la paroi versus la distance axiale du capillaire. Les conditions à l'entrée du capillaire sont les mêmes que celles considérées dans la figure 5.1.**

#### ❑ Les prédictions correctes

La résolution correcte de ce problème se fait comme suit:

On fixe correctement la condition initiale sur la pression et la contrainte de cisaillement en paroi à la sortie du capillaire.

À la sortie du capillaire on a  $z=7.62$  cm et la pression est nulle. On remplace  $z$  et  $P$  par leur valeur dans l'équation (5.11) et on remarque qu'on a une équation dont l'inconnue est  $\sigma_w$  que l'on résout par la méthode de Newton pour une erreur de convergence égale à  $10^{-7}$ .

$$z = 7.62 \text{ cm} , P = 0 , \sigma_w = 0.130 \text{ MPa}$$

Ensuite on résout par Runge Kutta le système (S). Nous illustrons la solution par les graphiques suivantes: figures 5.5 , 5.6 et NO TAG.

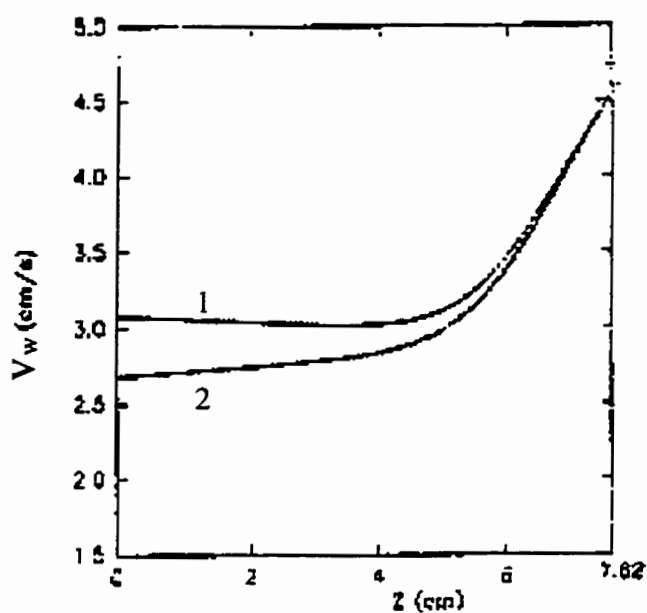


Figure 5.5 : Vitesse de glissement versus la distance axiale du capillaire. PEHD A à un taux de cisaillement apparent égal à 549 1/s. 1: équation 5.7. 2: équation 5.17.

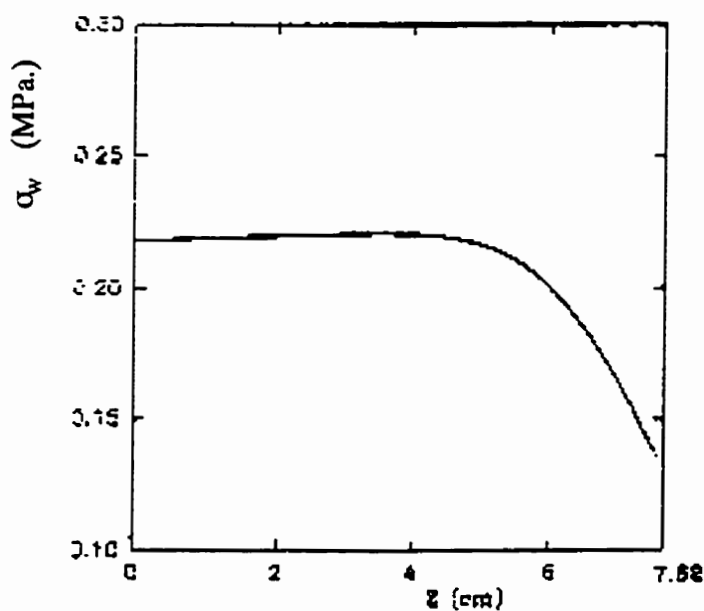
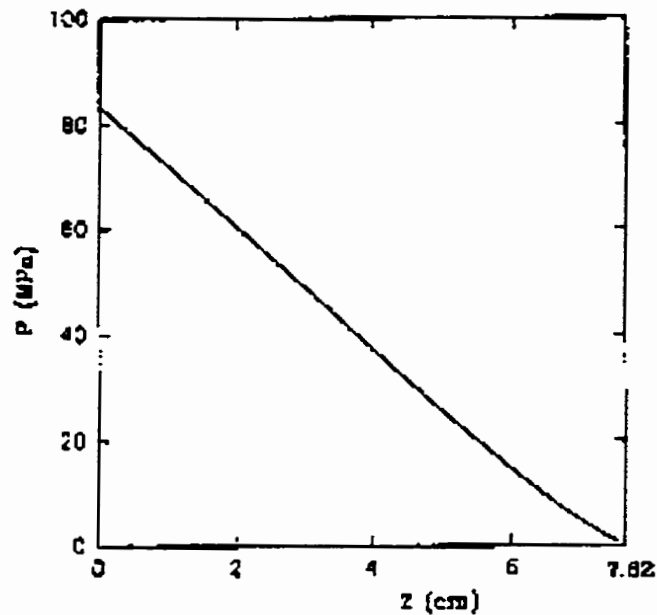


Figure 5.6 : Contrainte de cisaillement à la paroi versus la distance axiale du capillaire. PEHD A à un taux de cisaillement apparent égal à 549 1/s



**Figure 5.7 : La pression versus la distance axiale du capillaire. PEHD A à un taux de cisaillement apparent égal à 549 1/s.**

### 5.3 La simulation numérique par la méthode des éléments finis

Un code de calcul basé sur la méthode des éléments finis est bâti pour modéliser l'écoulement oscillatoire observé durant l'extrusion de certains polymères. Cette partie est consacrée à la validation de ce code de simulation et à une revue du travail publié par Georgios et Crochet (1994). Dans cette section deux étapes de réalisation sont présentées. La première étape consiste à valider nos calculs après l'introduction d'un modèle de compressibilité dans l'écoulement en régime stationnaire d'un fluide newtonien. La géométrie est un conduit rectangulaire à axe symétrique. La deuxième étape est consacrée à la reproduction de certains résultats de simulation publiés par Georgios et Crochet (1994) sur l'écoulement compressible avec une condition de glissement à la paroi d'un fluide

newtonien. Les résultats des différents calculs que nous présentons sont illustrés par des figures.

### 5.3.1 Exposé du problème

Écoulement et équations constitutives.

L'équation de continuité et de mouvement pour l'écoulement en régime transitoire d'un fluide compressible sont les suivantes:

– L'équation de continuité

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \nabla \cdot \rho \mathbf{V} = 0 \quad (5.18)$$

– L'équation de mouvement.

$$\rho \frac{\partial \mathbf{V}}{\partial t} + \nabla \cdot \underline{\underline{\sigma}} + \nabla P + \rho \mathbf{V} \cdot \nabla \mathbf{V} = 0 \quad (5.19)$$

$\underline{\underline{\sigma}}$  : le tenseur des contraintes pour un fluide newtonien et compressible.

$$\underline{\underline{\sigma}} = -2\eta \underline{\underline{\dot{\gamma}}} + \frac{2}{3}\eta(\nabla \cdot \mathbf{V})\underline{\underline{\delta}}$$

$\underline{\underline{\delta}}$  : tenseur unité.

$\eta$  : viscosité

$\rho$  : masse volumique

$\underline{\underline{\dot{\gamma}}}$  : le tenseur de la vitesse de déformation

$$\underline{\underline{\dot{\gamma}}}(\mathbf{V}) = \frac{1}{2}(\nabla \mathbf{V} + \nabla \mathbf{V}^T)$$

Pour un fluide peu compressible, la masse volumique est liée à la pression par le même modèle que celui décrit dans l'équation (4.2).

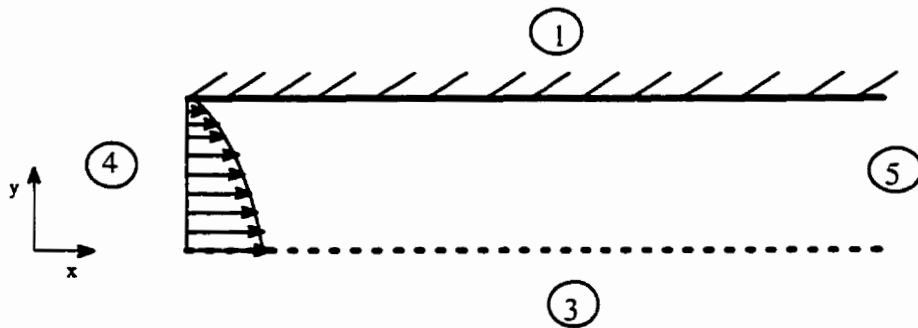
$$\rho = \rho_o(1 + \beta(P - P_o)) \quad (5.20)$$

$P_o$  : pression atmosphérique.

## Préparation du code de simulation

Nous avons utilisé la méthode des éléments finis pour résoudre les équations de l'écoulement d'un fluide newtonien dans une géométrie rectangulaire. L'introduction d'une loi de compressibilité dans le code de simulation développé par Fortin et al. (1985) a nécessité certaines modifications. Nous ne tenons pas ici à décrire ces modifications mais nous présentons la méthode de validation de nos calculs. Afin de tester la consistance et l'exactitude des solutions convergentes, nous avons comparé la solution numérique et la solution analytique proposée.

Nous n'avons pas trouvé dans la littérature de solution analytique exacte obtenue par résolution des deux équations (5.18) et (5.19) avec une loi de compressibilité sans le terme du temps. Cependant, nous avons préparé une solution qui respecte à la fois les équations (5.18), (5.19) et les conditions à l'entrée, à la sortie et à la paroi de la conduite. Nous avons considéré l'écoulement en régime stationnaire dans le demi-conduit schématisée par la figure suivante:



**Figure 5.8 : Le demi-conduit rectangulaire et conditions aux limites**

A l'entrée 4 : nous avons choisi le profil de vitesse suivant:

$$v_r = \frac{(1 - y^2)}{\rho} \quad (5.21)$$

On remplace le profil de vitesse (5.21) dans les équations (5.18) et (5.19). On obtient donc le profil de pression suivant:

$$P = \exp\left[\left(1 - \frac{x}{L}\right)^2\right] - 1 \quad (5.22)$$

Sur la paroi 1 : une condition de non glissement est considérée.

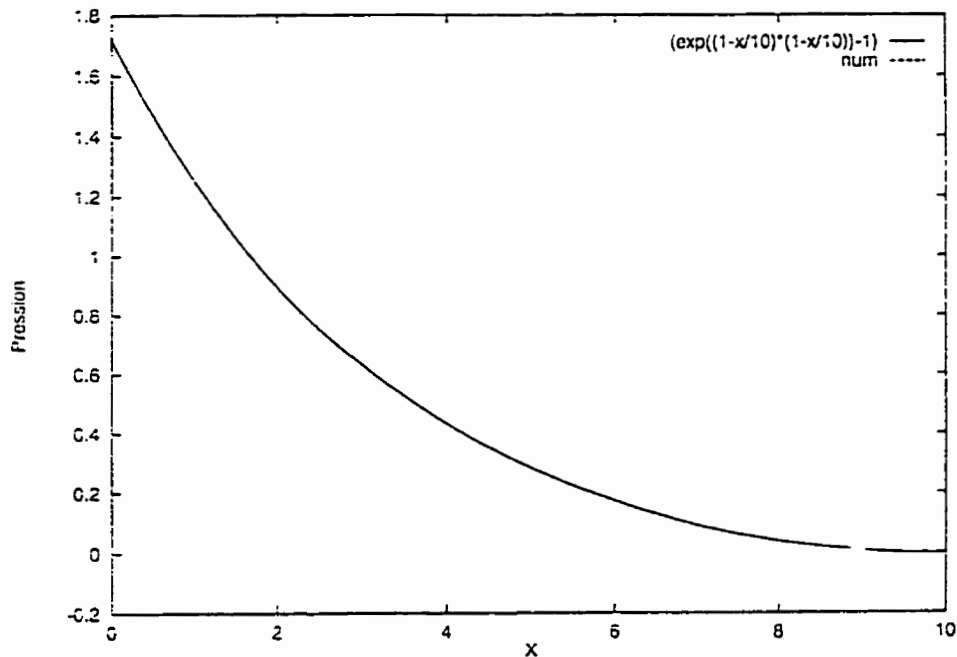
$$V_x = 0 \quad , \quad V_y = 0 \quad (5.23)$$

$$V_x = 0 \text{ et } V_y = 0$$

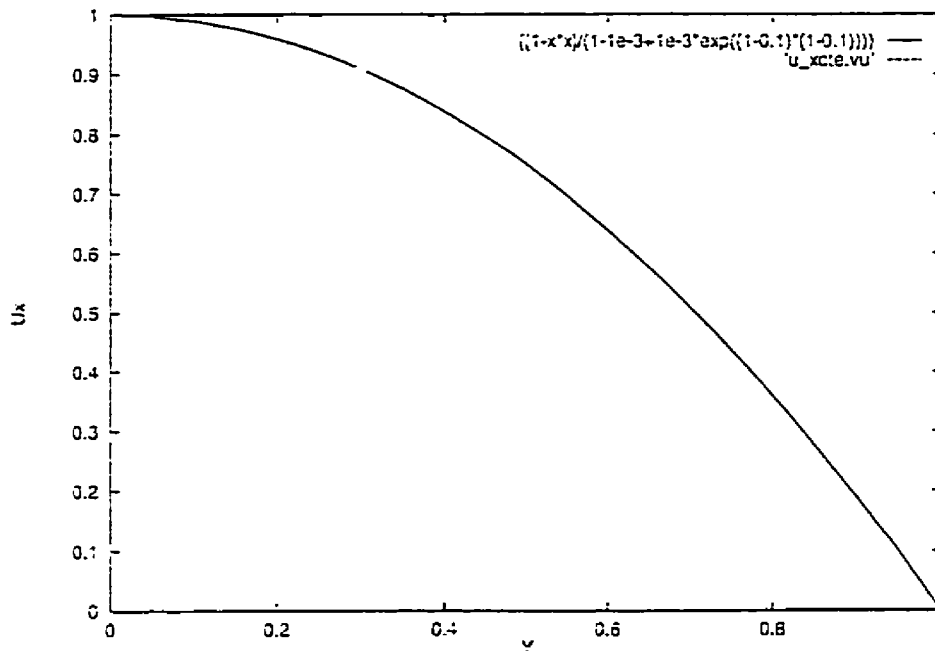
A la sortie 5 :  $V_x$  libre et  $V_y$  nulle.

\*Le résultat.

La solution numérique se superpose parfaitement à la solution analytique pour une compressibilité ( $\beta$ ) variant de  $10^{-9}$  à  $10^{-2}$ . La superposition des deux solutions analytique et numérique est illustrée par la figure 5.9 pour une valeur donnée de compressibilité.



**Figure 5.9 : Profil de pression obtenue numériquement et analytiquement pour une compressibilité égale à  $10^{-3}$ .**



**Figure 5.10 : Profil de vitesse obtenue numériquement et analytiquement pour une compressibilité égale à  $10^{-3}$ .**

Pour des valeurs de compressibilité supérieures à  $10^{-2}$ , notre code de calcul ne converge plus. Après cette étape de validation, un calcul a été fait avec des valeurs provenant de l'expérience. Les dimensions de la conduite rectangulaire sont les mêmes que celles d'une filière d'échelle expérimentale. Pour un fluide newtonien de viscosité et de compressibilité comparables à ceux des polymères, les profils de pression trouvés par simulation sont linéaires. Nous avons gardé la même viscosité dans le premier cas pour un fluide incompressible et dans le deuxième cas pour un fluide de même compressibilité que celle d'un polymère. Les profils de pression obtenus dans les deux cas sont les mêmes.

### **5.3.2 Reproduction des résultats de la simulation faite par Georgios et Crochet (1994)**

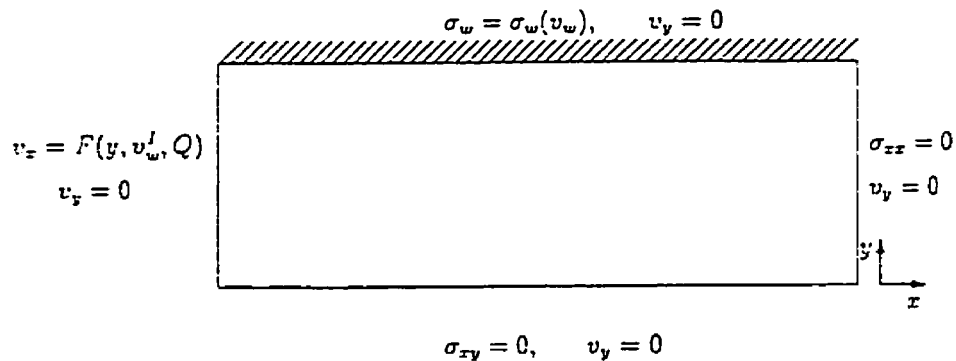
Les deux auteurs mentionnés ci-dessus se sont intéressés à la modélisation de l'instabilité de l'écoulement oscillatoire déclenché durant l'extrusion de certains polymères. Dans leurs étapes préliminaires de modélisation, ils ont considéré l'écoulement



avec glissement d'un fluide newtonien et compressible dans un conduit rectangulaire. Ils ont résolu les équations (5.18), (5.19) et (5.20) avec une loi empirique de glissement et ont lié la contrainte de cisaillement ( $\sigma_w$ ) à la paroi et la vitesse de glissement ( $V_w$ ) par l'expression suivante ( chapitre 1).

$$\sigma_w = \alpha_1 \left( 1 + \frac{\alpha_2}{1 + \alpha_3 V_w^2} \right) V_w \quad (5.24)$$

Ils ont résolu le problème décrit par les équations (5.18), (5.19), (5.20) et (5.24) à l'aide d'une méthode mixte: la pression, les composantes du champ de vitesse sont considérées comme des variables indépendantes. Nous utilisons dans notre code de calcul une méthode de pénalisation et la pression est trouvée par l'algorithme d'Uzawa ( Fortin et Fortin 1985). À ce stade du travail, nous nous sommes contentés de reproduire les résultats de résolution du problème dans le cas de l'écoulement stationnaire dans le demi-conduit représenté à la figure 5.11 .



**Figure 5.11 : La géométrie d'écoulement utilisée par les auteurs. Les grandeurs sont sans dimensions. ( Georgios et Crochet 1994)**

Les équations qui gouvernent l'écoulement sont mises sous forme adimensionnelle. Les auteurs ont introduit les grandeurs suivantes:

$$L^* = \frac{L}{H}, \quad V^* = \frac{V}{\bar{V}}, \quad P^* = \frac{(P - P_0)}{\bar{V}} * H/\eta, \quad \underline{\sigma}^* = \frac{\underline{\sigma}}{\bar{V}} * H/\eta, \quad \rho^* = \frac{\rho}{\rho_0} \quad \text{et} \quad r^* = \frac{r}{H/\bar{V}}$$

$\bar{V}$ : vitesse moyenne d'écoulement.

le débit massique adimensionnel est égal à :

$$m^* = \frac{m}{\bar{V}L} * \rho$$

Ils ont utilisé des nombres sans dimension pour faciliter l'exploitation des résultats. Ils ont défini un nombre de Reynolds (Re), un de compressibilité ( $B^*$ ) et trois nombres associés aux paramètres de la loi de glissement.

$$Re = \frac{\rho_0 \bar{V} H}{\eta}, \quad B^* = \frac{\beta \eta \bar{V}}{H}, \quad A_1 = \frac{a_1 H}{\eta}, \quad A_2 = a_2 \quad \text{et} \quad A_3 = a_3 \bar{V}^2$$

La figure 5.12 représente les résultats de la simulation faite par ces auteurs pour un choix donné de paramètres.

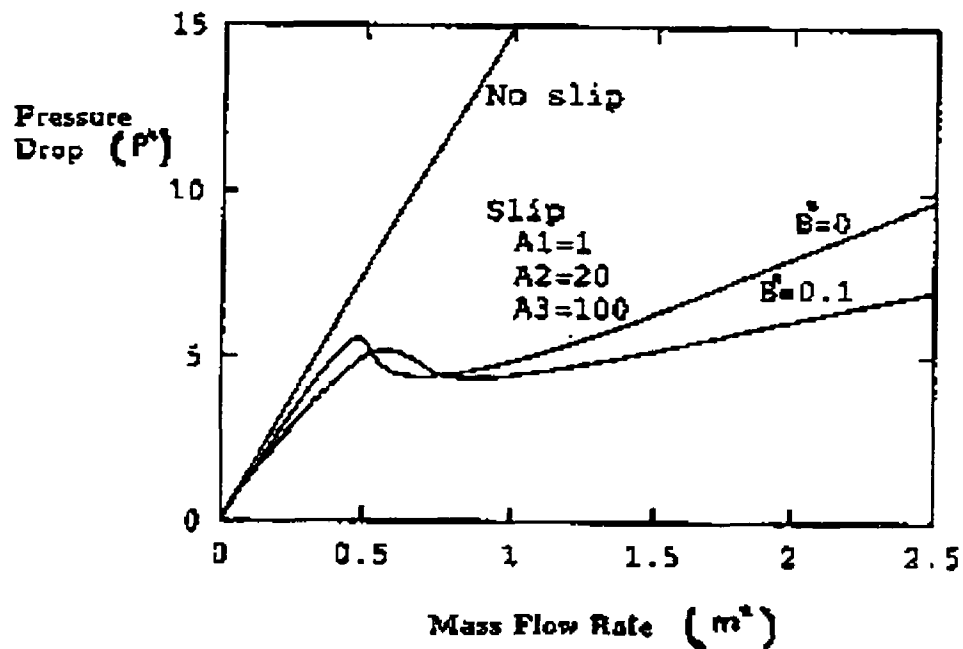
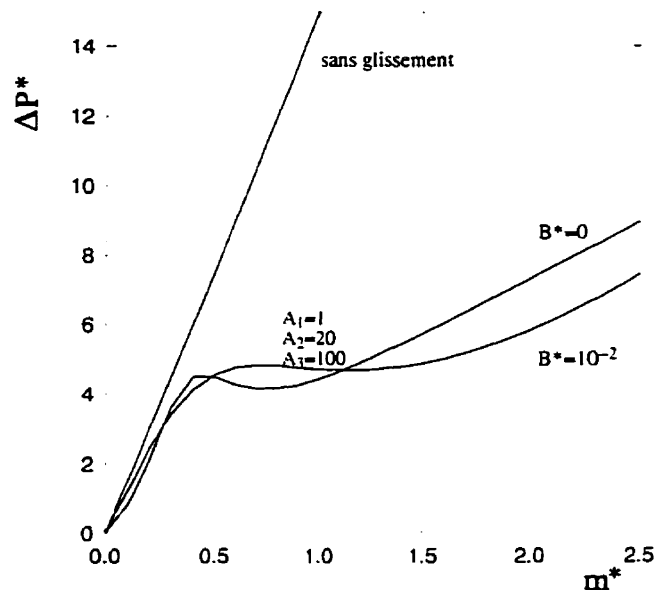


Figure 5.12 : Courbes d'écoulement simulées par une loi de glissement non monotone. ( Georgios et Crochet 1994)

Afin de reproduire les résultats illustrés par la figure 5.12, nous avons recueilli un ensemble de données. Quelques débits massique sont relevés à la figure 5.12 et les mêmes nombres de  $Re$  et de  $B^*$  que ceux choisis par les auteurs sont considérés dans nos calculs. Les équations d'écoulement sont résolues pour avoir la chute de pression dans la filière. Nous avons corrélé l'ensemble des points  $(\dot{m}, \Delta P)$  par une fonction semblable à l'expression (5.24). La figure 5.13 présente la variation de la chute de pression dans le conduit rectangulaire avec la débit massique imposé à l'entrée.



**Figure 5.13 : La simulation obtenue avec notre code de calcul**

Il n'était pas possible d'atteindre une convergence des calculs pour des nombres de  $B^*$  supérieurs à  $10^{-2}$  parce que la méthode de résolution utilisée par les auteurs est différente de la nôtre. Cependant, ces limitations de calcul ne font pas obstacle à la suite du travail de modélisation. En effet, dans notre étude nous nous sommes intéressés à la modélisation des observations expérimentales. Ainsi, le nombre  $B^*$  de compressibilité calculé à partir des paramètres expérimentaux ne dépasse pas  $10^{-4}$ .

Les auteurs ont utilisé le modèle de glissement décrit par l'expression (5.24). La courbe  $\sigma_w$  versus  $V_w$  est non monotone (figure 1.9). Cette courbe présente un maximum et un minimum. Ce modèle de glissement forme une condition principale pour avoir une courbe d'écoulement non monotone et pour générer des oscillations. Les auteurs ont mentionné que ce choix est étayé par l'analyse de stabilité de ce modèle. Ils ont analysé la stabilité unidimensionnelle de ce modèle dans le plan de phase  $(\sigma_w, V_w)$  et ont trouvé des solutions en régime stationnaire instables.

La loi de glissement exprimée par l'expression (5.24) est empirique alors que la vitesse de glissement calculée à partir de l'expérience est généralement corrélée à la contrainte de cisaillement par une loi exponentielle et monotone.

## 5.4 Conclusion

Nous avons montré que le modèle de glissement avancé par Hatzikiriakos et Dealy (1992) n'est pas adéquat. Sous sa première forme générale et avant toute manipulation mathématique le modèle contient plusieurs constantes qui doivent être déterminées. Étant donné que la corrélation des différentes constantes n'est pas possible, les auteurs ont fait certaines hypothèses pour réduire le nombre d'inconnues. Les constantes qui sont ensuite corrélées à partir des résultats expérimentaux ne sont pas optimales ou elles ne peuvent pas être obtenues. Nous concluons que ce modèle ne peut pas être utilisé pour décrire l'écoulement oscillatoire.

Le travail de la simulation numérique basée sur une simple approche montre que:

- la loi de glissement de comportement non monotone est indispensable à la modélisation de l'instabilité de l'écoulement oscillatoire dans le cas d'un fluide newtonien.
- la compressibilité permet de rendre compte de la variation du débit durant l'écoulement.

## CONCLUSION GÉNÉRALE

Nous avons étudié l'instabilité de l'écoulement oscillatoire sur une extrudeuse monovis à la différence de plusieurs travaux qui ont réalisé leurs études sur des rhéomètres capillaires. Grâce à notre étude, nous avons trouvé les caractéristiques de l'instabilité oscillante qui sont déjà rapportées par plusieurs auteurs ayant utilisé des rhéomètres capillaires. À savoir, les oscillations sont déclenchées à une contrainte de cisaillement critique qui dépend de la nature du polymère, qui augmente légèrement avec la géométrie de la filière et qui croît avec l'augmentation de la température.

La période et l'amplitude des oscillations sont inversement proportionnelles au diamètre et proportionnelles à la longueur du capillaire.

La courbe d'écoulement est non monotone et est décomposée en deux branches séparées par la zone des oscillations. Nous découvrons en plus de ces caractéristiques, celle de la vis extrudeuse. La courbe caractéristique de la vis extrudeuse comprend comme celle de l'écoulement deux branches.

L'originalité de ce travail se traduit par la démonstration du rôle de la compressibilité dans les sauts des débits durant l'écoulement oscillatoire. En effet, nous avons élaboré une technique simple d'évaluation exacte de l'effet de la compressibilité sur le saut en débit observé durant les oscillations. Cette technique est basée sur une résolution de l'équation de continuité sous une hypothèse de compressibilité. Les résultats d'évaluation montrent que les sauts en débit calculés par un modèle de compressibilité sont parfois différents de ceux observés dans le travail expérimental.

Dans une deuxième étape de recherche et afin d'analyser l'hypothèse de glissement, nous avons extrudé les polymères dans la filière à deux capillaires ayant le même rapport  $L/D$ . Les courbes d'écoulement obtenues avec la filière à deux capillaires et pour les polymères présentant les oscillations ne sont pas superposables. La non

superposition des courbes d'écoulement du PEBDL 12J1 est due aux effets d'entrée et de sortie. Les vitesses de glissement estimées pour le PEBDL 12J1 sont faibles et sont de l'ordre de ( $10^{-7}m/s$ ). Les effets d'entrée et de sortie ne rendent pas compte de la non superposition des courbes d'écoulement du PEHD 12165 et du PEHD 16A extrudés dans la filière à deux capillaires. Dans ce cas, la non superposition est liée à l'apparition du glissement. La simulation numérique montre qu'une loi de glissement non monotone est indispensable pour la modélisation de l'instabilité oscillante dans l'écoulement d'un fluide newtonien. Toutefois, la non équivalence des lois empiriques et celles corrélées des résultats expérimentaux nécessite une théorie apte à établir des rapports entre l'approche phénomologique et l'observation expérimentale.

Il se dégage de ce travail deux pistes de recherche. La première est de nature expérimentale. Les polymères utilisés dans notre travail sont tous des polyéthylènes linéaires. Les polymères à haute densité ( PEHD 16A et PEHD 12165 ) présentent l'écoulement oscillatoire. Le polymère à basse densité PEBDL 12J1 n'exhibe pas d'oscillations. Le PEHD 16A et le PEBDL 12J1 ont des comportements rhéologiques semblables. Étant donné que les comportements rhéologiques de ces derniers polymères sont similaires, nous pensons qu'il existe un paramètre responsable de l'apparition des oscillations. Pour ces polymères l'analyse rhéologique de l'instabilité oscillatoire n'est pas évidente. Il sera donc intéressant d'étudier l'influence de plusieurs paramètres intervenant en particulier dans la synthèse des PEBDL. L'étude des réactions de synthèse peut permettre de connaître l'ingrédient principal qui cause le déclenchement des oscillations durant le procédé d'extrusion. Dans une autre voie de travail, il est nécessaire d'approfondir l'étude de l'effet de la compressibilité sur le saut en débit. L'étude est mieux d'être réalisée avec un rhéomètre à débit imposé. En plus, plusieurs filières de différents diamètres doivent être utilisées.

La deuxième piste consiste à développer un modèle théorique. Ce modèle permettra de prédire pour un polymère donné la présence d'un comportement rhéologique non monotone et d'un écoulement oscillatoire. Il existe déjà dans la littérature des modèles viscoélastiques qui prédisent des courbes d'écoulement non monotones. Néanmoins, il sera ambitieux d'adapter ces modèles afin de prédire l'écoulement oscillatoire dans la marge des taux de cisaillement séparant les deux branches de la courbe d'écoulement.

## RÉFÉRENCES

AGASSANT J.F., AVENAS P., SERGENT J.P. et CARREAU P.J. (1991), *Polymer processing :principles and modeling*, Hanser Publishers, Munich Viena, New York.

AGASSANT J.F., AVENAS P., SERGENT J.Ph. (1986), *La mise en forme des matières plastiques. Approche thermomécanique*. 2<sup>ième</sup> édition. Lavoisier, Technique et Documentation .

ATWOOD B.T., SCHOWALTER W.R., (1989) , *Measurements of slip at the wall during flow of high density polyethylene through a rectangular conduit*. Rheol. Acta, 28, 134

BAGLEY, E.B., CABOTT, I.M., WEST, D.C., (1958). *Discontinuity in the flow curve of polyethylene*. J. Appl. Phys., 29, 109

BAGLEY, E.B. (1957). *End corrections in the capillary flow of polyethylene*. J. Appl. Phys., 28, 624

BAGLEY, E.B., BIRKS, M. (1960). *Flow of polyethylene into a capillary* . J. Appl. Phys., 31, 556

BAGLEY, E.B. (1961). *The separation of elastic and viscous effects in polymer flow*. Trans. Soc. Rheol. 5, 355

BAGLEY, E.B.(1963). *Unstable flow of molten polymers: a second site of melt fracture*. J. Appl. Polym. Sci. 7, 215



BAGLEY, E.B., SCHREIBER, H.B.(1969). In *Rheology* , Vol.5, Academic Press, New York chap.3,

BALAN, C., HUTTER, K.(1995). *A procedure to determine the materials constants and the viscosity function for a fluid with yield stress*. *Acta Mechanica* 109, 65–78

BALAN, C., FODISCK, R. *Rheological model for materials wich exhibit a finite jump in strain rate under a constant shear stress*. à paraître dans *J. Non–Newt. Fluid Mech.*

BALLENGER, T.F., CHEN, I. CROWDER, J.W., G.E., BOGUE, D.C.,WHITE, J.L.(1971). *Polymer melt flow instabilities in extrusion: mechanism, material and geometric variables*. *Trans. Soc. Rheol.*15, 195

BARTOS, O., HOLOMEK, J. (1971). *Unstable flow of amorphous polymers through capillaries I, velocity profiles of having discontinuous flow curve*. *Polym. Eng. Sci.* 11, 324

BEAUFILS, P. B., VERGNES, B., AGASSANT, J. F., (1989). *Characterization of the sharkskin defect and its developement with flow condition*. *Intern. Polym. Proc.* VI, 318

BECKER, J.; BENGTSSON, P.; KLASSON, C.; KUBAT, J.; SAHA, P.(1991). *Pressure oscillations during capillary extrusion of high density polyethylene*. *Intern. Polymer Processing* VI, 4, 318

BENBOW, J.J., CHARLEY, R. V., LAMB, P. (1961). *Unstable flow of molten polymers*. *Nature*, 192, 223

BENBOW, J.J., LAMB, P. (1963). *Melt fracture in molten polymers*. *SPE transactions*. 3,

BOUDREAUX, E., CUCULO, J.A. (1977–78). *Polymer flow instability: a review and analysis*. J. Macromol. Sci.–Macromol. Chem., C16, 39

BRIZITSKY, V.I., VINOGRADOV, G.V., ISAEV, A.I., PODOLSKY, Y.Y.(1976). J.Appl. Polym.Sci.20,25.

CARREAU, P. J., (1995) . *Communications privées*.

CARREAU, P. J., DE KEE, D., CHHABRA, RAJ. P., . *Polymer rheology: principles and applications*. à paraître chez Hanser Publishers.

COGSWELL, F.N., LAMB, P. (1967). *The mechanism of melt distortion* . Plast. Polymers, 35, 809

DAUVERGNE, E. (1993). Mémoire de maîtrise. *Étude rhéologique de différents adhésifs*. École Polytechnique De Montréal.

DEN OTTER, J.L.(1970). *Mechanism of melt fracture*. Plastics & Polymers, 38, 155

DEN OTTER, J.L.(1971). *Some investigation of melt fracture*. Rheol. Acta, 10, 200

DOI, M., EDWARDS, S. F. (1979). J. Chem. Soc. Faraday. Trans. II. 75, 38

DOI, M., EDWARDS, S. F. (1978). J. Chem. Soc. Faraday. Trans. II. 74, 1789, 1802, 1818

DURAND, V. (1993). Thèse d'état. *Écoulement et instabilité oscillante des polyéthylènes haute densité*. École Nationale Supérieure Des Mines De Paris.

El Kissi, N., PIAU, J.M. (1990). *The different capillary flow regimes of entangled polydimethylsiloxane polymers: macroscopic slip at the wall, hysteresis and cork flow*. J. Non-newtonien Fluid Mech. 37, 55

FORTIN, M., FORTIN, A.(1985). *Experiments with several elements for viscous incompressible flows*. Inter. J. Num. Methods in fluids, Vol. 5, 911–928

FORTIN, M., FORTIN, A.(1985). *A generalisation of Uzawa's algorithm for the solution of the Navier–Stokes equations*. Comm. Appl. Num. Methods, Vol. 1, 205–208

GEORGIOS, C.G., CROCHET, J. M. (Jan.1994). *Time-dependent compressible extrudate–swell problem with slip at the wall*. J. Rheol., 38, 3

GEORGIOS, C.G., CROCHET, J. M. (Jul.1994). *Compressible viscous flow in slits with slip at the wall*. J. Rheol., 38, 6

GIESEKUS, H. J. (1982). J. Non Newtonian Fluid Mechanics. 11, 69

HATZIKIRIAKOS, S.G., DEALY, J.M.(1991). *Wall slip of molten high density polyethylene I, sliding plate rheometer studies*. J. Rheol. 35, 497

HATZIKIRIAKOS, S.G., DEALY, J.M.(1992). *Wall slip of molten high density polyethylene II, capillary rheometer studies*. J. Rheol., 36, 703

HATZIKIRIAKOS, S.G., DEALY, J.M.(1992). *Role of slip and fracture in the oscillatory flow of HDPE in a capillary*. J. Rheol., 36, 845

HATZIKIRIAKOS, S.G. (1993). *Start-up pressure transients in a capillary rheometer*. Intern. Polym. Proc.VIII,2, 135

- HATZIKIRIAKOS, S.G. (1994). *The onset of wall slip and sharkskin melt fracture in capillary flow*. Polym. Eng. Sc. vol.34, no.19. 1441
- HUNTER, J.K., SLEMROD, M. (1983). *Viscoelastic fluid flow exhibiting hysteretic phase changes*. Phys. Fluids, 26, 2345
- HUSEBY, T.W. (1966). *Hypothesis on a certain flow instability in polymer melts*. Trans. Soc. Rheol., 10, 181
- JOHNSON, Jr. , SEGELMAN, D. (1981). J. Non Newtonian Fluid Mechanics. 2, 225
- KALIKA, D.S., DENN, M.M.(1987). *Wall slip and extrudate distortion in linear low-density polyethylene*. J. Rheol., 31, 815
- KOLOKA, R.W., MALKUS, D.S., HANSEN, M.G., IERLEY, G.R.(1988). *Spurt phenomena of the Johnson–Segalman fluid and related models*. J. Non–Newt. fluid Mech., 29, 303
- LARSON, R.G.(1992). *Review: Instabilities in viscoelastic flows*. Rheol. Acta. 31, 213
- LAU, H. M., SCHOWALTER, W. R., (1986). *A model for adhesive failure of viscoelastic fluids during flow*. J. Rheol. 30, 591
- LEONOV, A.I.(1984). *A linear model of the stick–slip phenomena on polymer flow in rheometers*. Rheol. Acta, 23, 591
- LI, H., HURLIMANN, H.P., MEISSNER, J. (1986). *Two separate ranges for shear flow instabilities with pressure oscillations in capillary extrusion of HDPE and LLDPE*. Polymer bull., 15, 83

- LIM, F.J., SCHOWALTER, W.R.(1989). *Wall slip of narrow molecular weight distribution polybutadienes*. J. Rheol., 33, 1359
- LIN, Y.H.(1985). *Explanation for slip–stick melt fracture in terms of molecular dynamics in polymer melts*. J.Rheol., 26, 605
- LUPTON, J.M., REGESTER, J.W. (1965). *Melt flow of polyethylene at high rates*. Polym. Eng. Sci., 5, 235
- MALKUS, A. Ya., NOHEL, J.A. (1993). *Dynamics of shear flow of a non–Newtonian fluid*. J. Comp. Phys. 87, 464
- Mc LEISH, T.C.B, BALL, R.C. (1986). *A molecular approach to the spurt effect in polymer melt flow*. J.Polym.Sci., B:Polymer Phys., 24, 1735
- Mc LEISH, T. C. B. (1987). *Stability of the interface between two dynamic phases in capillary flow of linear polymer melts*. J.Polym.Sci., B:Polymer Phys., 25, 2253
- METZGER, A.P., HAMILTON, C.W.(1964). *The oscillation shear phenomena in high density polyethylenes*. SPE Trans., 4, 107
- 'Modern plastics', Resins' 95. (January 1995). A Mc Graw–Hill , Publication , .
- MOLENAAR, J., KOOPMANS, R.J. (1994). *Modeling polymer melt–flow instabilities*. J.Rheol. 38, 145
- MOONEY, M. J. (1931). J. Rheol.

MOURNIAC, PH. (1991).Thèse d'état. *Le problème du glissement à la paroi dans les écoulements de mélanges d'élastomères*. École Nationale Supérieure Des mines De Paris.

MOYNIHAN, R. H., BAIRD, D. G., RAMATHAN, R., (1990). *Additional observations on the surface melt fracture behavior of linear low-density polyethylene*. J.Non-Newtonian fluid Mech. 36, 255-236.

NAKAMURA, K., ITUAKI, S., NISHIMURA, T. HORIKAWA, A. (1987). J. of the textile Machinery of Japan, 36, 49

OYANAGI, Y.(1973). *A study of irregular flow behavior of high density polyethylene*. Appl. Polym. Symp. 20, 123

PETRIE, C. J. S., DENN, M.M.(1976). *Instabilities in polymer processing* . AIChE J., 22, 209

PEARSON, J. R. A. (1969). *Mechanisms for melt flow instability*. Plastic Polymers. 37, 285

PIAU., J.M., EL KISSI, N., TREMBLAY, B.(1990). J. Non-Newt. Fluid Mech., 34, 145

PIAU., J.M., EL KISSI, N., MEZGHANI, A. . (1995). *Slip flow of polybutadiene through fluorinated dies*. J. Non-newtonien Fluid Mech. 59, 11-30

PHAN-THIEN, N., TANNER, R. I. (1977). J. Non-newtonien Fluid Mech. 2, 353

RAMAMARTHY, A. V.(1986). *Wall slip in viscous fluids and influence of materials of construction*. Adv. Polym. Tech., 6, 489

RAMAMARTHY, A. V.(1986). *Extrudate irregularities and the polymer–metal interface connection*. J. Rheol., 30, 337

RUDIN, A. (1970). *Effect of processing history on melt flow defects*. Polym. Eng. Sci. 10, 94

SCHOTT, H., KAGHAN, W. S. (1959). *Flow irregularities in the extrusion of polyethylene melts*. Ind. Eng. Chem. 51, 844

SCHREIBER, H. P., (1969). *Molecular dependance of flow instability in polyethylene*. J. Polym. Sci. Part B, Polymer Letter, 7, 851

STEVENS, M.J.(1985). *Extruder principles and operation*. Elsevier applied science publishers.

STEWART, G. W., (1993). *Wall slip in the extrusion of linear polyolefins*. J. Rheol. 37,

SORNBERGER, G. , QUANTIN, J. C., FAJOLLE, R. , VERGNES, B. , AGASSANT, J. F. (1987). *Experimental study of the sharkskin defect in linear low density polyerthylene*. J. Non–Newt. Fluid Mech. 23, 123–135

TADMOR, Z.,KLEIN,I.(1970). *Engineering principles of plasticating extrusion*. Polymer scirence and engineering ,Van Nostrand Reinhold Company.

TADMOR, Z., GOGOS,C.G.(1979). *Principles of polymer processing*. A wiley Interscience Publication.

TORDELLA, J.P. (1963). *Unstable flow of molten polymers: a second site of melt fracture*. J. Appl. Polym. Sci. 7, 215

TORDELLA, J.P. (1969). In 'Rheology', Imrich, F.R., Ed. Academic Press, New-York, Vol., 5, Ch. 2, 57

UHLAND, E.(1976). *Model for describing the flow of wall slipping substances through dies*. Rheol. Acta, 15, 30

UTRACKI, L.A., DUMOULIN, M. M. (1984). *Polym. Plast. Technol. Eng.* 23, 193

UTRACKI, L.A., GENDRON, R. (1984). *Pressure oscillation during extrusion of polymers*. J.Rheol., 28, 5, 601

VILLEMAIRE, J.P., AGASSANT, J.F.(1984). *Polymer process. eng.*,1 ,223

VINOGRADO, G.V., MALKIN, A. Ya. (1980). In '*Rheology of polymers*'. Mir publishers Moscow, Springer-Verlag Berlin Heidelberg New-York, 341

VINOGRADOV, G.V., MALKIN, A. Ya., YANOVOSKII, Y.G.(1972). *Limiting regimes of deformations of polymer*. J.Polymer Sci., Part A-2,10,1061

VINOGRADOV, V. G. , PROUASOV, V.P., DREVAL, V.E.(1984). *The rheological behavior of flexible-chain polymers in the region of spurting, and supercritical conditions of their movement at  $T > T_g$* . Rheol. Acta, 23, 46

VLACHOPOULOS, J., ALAM, M. (1972). *Critical stress and recoverable shear for polymer melt fracture*. Polym. Eng. Sci., 12,184

WANG, X., thèse d'état (1993). *Studies of HDPE and LLDPE extrudate distortions*. École Polytechnique de Montreal.



WANG, X. CLÉMENT, B, CARREAU, P. J., LAFLEUR, P. G. (1994). *Extrudate roughness of high-density polyethylene and linear low-density polyethylene: determination of key parameters using screening design*. Polymer. Eng. Sc. vol.34, no.13. 1047.

WEILL, A. (1980). *About the origin of sharskin*. Rheol. Acta, 19, 623

WEILL, A. (1980). *Capillary flow of linear polyethylene melt: sudden increase of flow rate*. J. Non-Newt. Fluid Mech. 7, 303–314

WHITE, J.L. (1973). *Critique of flow pattern in polymers fluids at the entrance of a die and instabilities leading to extrudate distorsion*. J. Rheol., 35, 167

## ANNEXE 1

### LES EFFETS THERMIQUES

Il est difficile d'expliquer l'écart de valeur entre les deux taux de cisaillement ( $\dot{\gamma}_{ap,x}$  et  $\dot{\gamma}_{ap,p}$ ) qui croît avec le RPM (figure 3.15) par un mauvais échauffement thermique. L'apport de la chaleur à la filière se fait électriquement par l'intermédiaire des bandes circulaires. La forme circulaire des bandes permet d'éviter un échauffement préférentiel. D'après les résultats obtenus pour le PEHD 1265 (figure 3.11), il n'y a pas de raison de supposer que le côté du grand capillaire ait plus chauffé que celui du petit capillaire. Nous avons analysé le résultat obtenu pour le PEBDL 12J1. Ce dernier est illustré sur la figure 3.15 par un calcul algébrique.

En considérant que le polymère est incompressible et le régime d'écoulement est stationnaire.

Nous supposons aussi que la viscosité peut être décrite par une loi de puissance.

$\eta = m\dot{\gamma}^{(n-1)}$  ,    {  $\eta$  : viscosité, (m,n): paramètres de la loi de puissance,  $\dot{\gamma}$ : taux de cisaillement }

Les débits d'écoulement des deux capillaires sont donnés par les expressions suivantes.

Pour le petit capillaire:

$$Q_{c,p} = \frac{\pi}{8} \left( \frac{n}{3n+1} \right) D_{c,p}^3 \left( \frac{\Delta P D_{c,p}}{4mL} \right)^{\frac{1}{n}} \quad (5.25)$$

et pour le grand capillaire:

$$Q_{c,x} = \frac{\pi}{8} \left( \frac{n}{3n+1} \right) D_{c,x}^3 \left( \frac{\Delta P D_{c,x}}{4mL} \right)^{\frac{1}{n}} \quad (5.26)$$

On peut décrire l'effet de la température sur la viscosité par la loi suivante:

$$m = m_0 \exp(-a_p \Delta T) \quad m_0 : \text{une constante déterminée à la température de référence } T_{\text{ref}}$$

$a_p$  : constante propre au polymère en  $K^{-1}$ .

$\Delta T$  : différence entre la température  $T$  et la température de référence  $T_{\text{ref}}$ .

On fait le rapport de  $Q_{c,g}$  par  $Q_{c,p}$ . On obtient alors:

$$\frac{Q_{c,g}}{Q_{c,p}} = \left( \frac{D_{c,g}}{D_{c,p}} \right)^3 \left( \frac{m_{c,p}}{m_{c,g}} \right)^{\frac{1}{n}} = \left( \frac{D_{c,g}}{D_{c,p}} \right)^3 \exp\left(\frac{a_p \Delta T}{n}\right)$$

Ou encore en termes des taux de cisaillements,

$$\frac{\dot{\gamma}_g}{\dot{\gamma}_p} = \exp\left(\frac{a_p \Delta T}{n}\right).$$

$\Delta T$  est la différence entre la température ( $T_g$ ) à la paroi du grand capillaire et ( $T_p$ ) à la paroi du petit capillaire. Nous prenons pour l'application numérique ( $a_p=1/150$ :Tadmor .1979 et  $n=0.4$ ). Nous nous intéressons à évaluer la différence de température entre les deux capillaires:

$$\Delta T = (T_g - T_p) = \frac{n}{a_p} \ln\left(\frac{\dot{\gamma}_g}{\dot{\gamma}_p}\right).$$

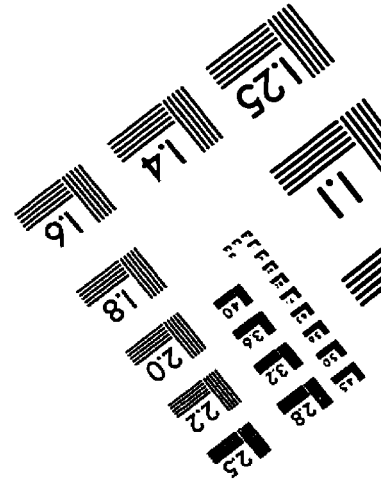
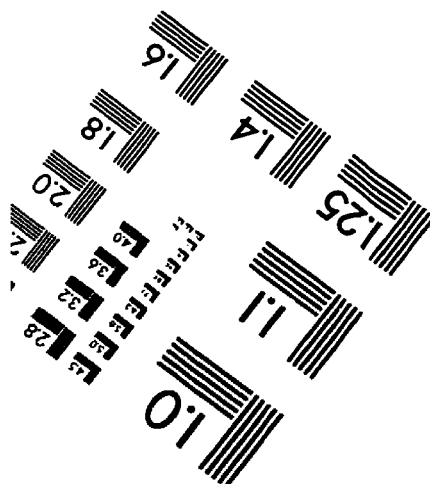
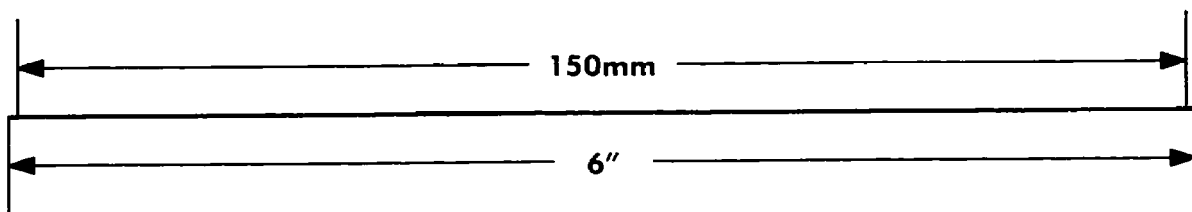
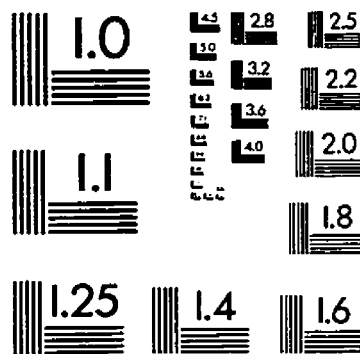
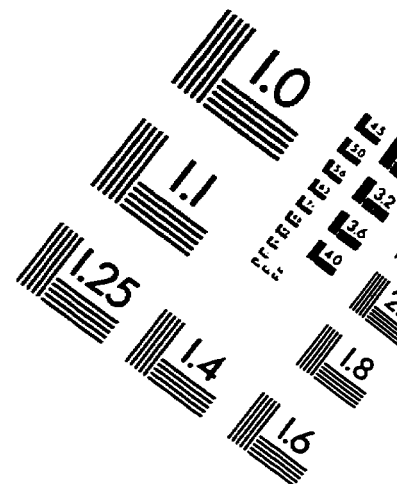
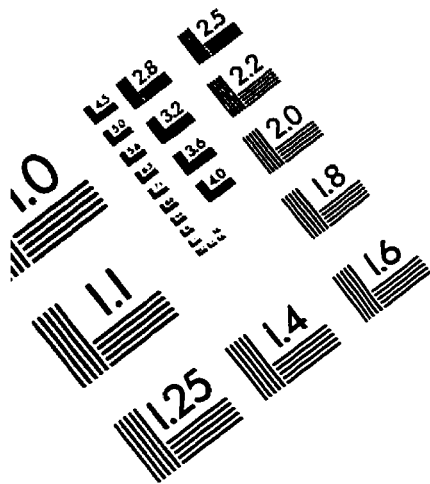
Nous faisons un exemple d'application. Nous relèvons les ( $\dot{\gamma}_{g,15}$  et  $\dot{\gamma}_{p,15}$ ) de la figure 3.15.

à un RPM égal à 15. La valeur du rapport ( $\frac{\dot{\gamma}_g}{\dot{\gamma}_p}$ ) égal à  $2040 \text{ s}^{-1}$  par  $1760 \text{ s}^{-1}$ . On obtient

d'après la relation ci-dessus une différence de température  $\Delta T$  égal à  $8^\circ\text{C}$ . Or, d'après la taille des capillaires et le contrôle thermique une différence de ( $T_g$ ) à la paroi du grand capillaire et ( $T_p$ ) égal à  $8$  semble être impossible à avoir.

Cette analyse montre que la différence en valeur de taux de cisaillement entre les capillaires (petit et grand) ne peut pas être expliquée par la température.

# IMAGE EVALUATION TEST TARGET (QA-3)



APPLIED IMAGE, Inc.  
1653 East Main Street  
Rochester, NY 14609 USA  
Phone: 716/482-0300  
Fax: 716/288-5989

© 1993, Applied Image, Inc., All Rights Reserved